

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : **08-219648**

(43)Date of publication of application : **30.08.1996**

(51)Int.Cl.

F27B 7/20

C04B 35/64

(21)Application number : **07-043394**

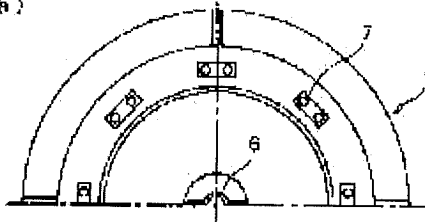
(71)Applicant : **MURATA MFG CO LTD**

(22)Date of filing : **07.02.1995**

(72)Inventor : **YAMADA HIROTSUGU**

(54) HEAT TREATING FURNACE

(a)

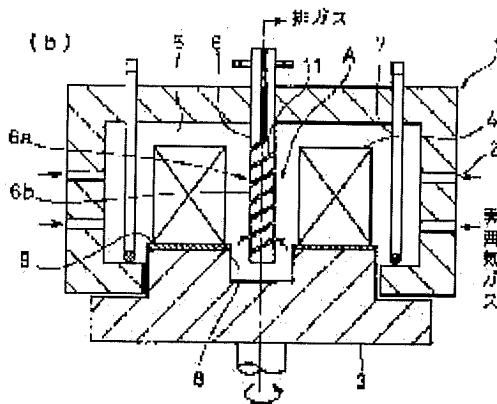


(57)Abstract:

PURPOSE: To provide a heat treating furnace in which a heat treating zone can be increased with respect to the size of the furnace and which can efficiently heat material to be heat treated.

CONSTITUTION: A heater (central heater) 6 which has a spiral shape at a main part is inserted and disposed in a heat treating zone 5 for heat treating material 4 to be heat treated, and an exhaust tube formed with an exhaust port for passing burnt gas generated in the zone 5 at the sidewall is inserted and disposed in the heater 6.

(b)



DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Industrial Application] This invention relates to the heat treating furnace used when heat-treating the ceramic element assembly etc. which are used for manufacture of ceramic electronic parts in detail about a heat treating furnace.

[0002]

[Description of the Prior Art] As one of the heat treating furnaces used in the process of manufacturing ceramic electronic parts etc., there is a heat treating furnace (hearth revolving heat treating furnace) as shown in drawing 4 (a) and (b), for example. This

[0021]The heat treating furnace (hearth revolving heat treating furnace) of this example comprises:

The furnace body 1 in which the controlled atmosphere feed hopper 2 was around allocated as shown in drawing 1 (a) and (b).

The hearth 3 allocated by the lower part of the furnace body 1 so that rotation and rise and fall were possible.

The heater (center-section heater) 6 which consists of silicon carbide (SiC) which was inserted and was vertically allocated in the center section of the heat treating zone 5 which heat-treats the heat-processed object 4 formed from the furnace body 1 and the hearth 3 so that it might become the rotation center axis and the abbreviated same axle of a hearth.

Two or more heaters (periphery heater) 7 which set the predetermined interval to the periphery of the heat treating zone 5, and were vertically allocated in it.

The exhaust pipe 10 allocated inside the center-section heater 6.

[0022]And in the heat treating furnace of this example, the heater which fabricates the band-like member 6a to spiral shape as the center-section heater 6 is used.

[0023]The two slits 10a are formed in the exhaust pipe 10 (drawing 2, drawing 3) inserted and allocated inside the center-section heater 6 almost in parallel with the shaft orientations as an exhaust port. This exhaust pipe 10 is constituted so that it may rotate to an opposite direction with the hand of cut of the hearth 3. Although it may be more desirable to have carried out an opening with neither a firing condition nor the shape of the heat treating zone 5 when it is more desirable to carry out the opening, in this example, the exhaust pipe 10 which closed the pars basilaris ossis occipitalis is used for the pars basilaris ossis occipitalis of the exhaust pipe 10 in order to enable more uniform exhaust air.

[0024]And the structure A which consists of this center-section heater 6 and exhaust pipe 10 functions also as a flue connector (flueway) for exhausting the combustion gas emitted [the inside of the heat treating zone 5] in the heat treating zone 5 while functioning as heating and a heating method for carrying out temperature up, an unconsumed controlled atmosphere, etc. Namely, lapped part (predetermined interval is set to shaft orientations of exhaust pipe 10, and formed in them) B (drawing 3) of the crevice 11 between the band-like members 6a and the slit (exhaust port) 10a of the exhaust pipe 10 which constitutes the spiral part 6b of the center-section heater 6 in this structure A, It is constituted so that it may function as an exhaust port through which the combustion gas emitted in the heat treating zone 5, an unconsumed controlled atmosphere, etc. pass.

[0025]In the heat treating furnace of this example, since he is trying to make an opposite direction rotate the exhaust pipe 10 with the hand of cut of the hearth 3, Since the relative position of the lapped part of the crevice 11 between the spiral parts 6b of the center-section heater 6 and the slit (exhaust port) 10a of the exhaust pipe 10 moves efficiently and the position bias is lost, it becomes possible to perform more uniform exhaust air.

section heater 6 which consists of silicon carbide (SiC) excellent in the mechanical strength, It becomes possible to prevent the collapse in a furnace by breakage of the exhaust pipe under heat treatment which was set to the conventional heat treating furnace, and to perform efficient good heat treatment.

[0032]By the method of, for example, detecting the electrical signal which carries out load to the center-section heater 6 etc., when it enables it to detect breakage of a heater, it can become possible to detect breakage of a heater promptly beforehand or after breakage, and reliability can be raised further.

[0033]It is not limited to the above-mentioned example, and is related with concrete shape, structure or construction material, such as a furnace body, a hearth, and a heater, etc., and this invention can add various application and modification within the limits of the gist of an invention.

[0034]

[Effect of the Invention]As mentioned above, while the principal part inserts and allocates in a heat treating zone the heater which has spiral shape, the heat treating furnace of this invention, Since the exhaust pipe with which the exhaust port through which the combustion gas emitted in a heat treating zone etc. pass was formed in the inside is inserted and he is trying to allocate it, it becomes possible to install an exhaust pipe in the space for installing a heater. Therefore, since the space in which a heater or an exhaust pipe is formed separately becomes unnecessary and it becomes possible to take a large heat treating zone to a furnace size, it becomes possible to heat-treat a heat-processed object efficiently.

[0035]Since the combustion gas emitted in a heat treating zone etc. are uniformly exhausted from the lapped part of the crevice between the spiral parts of a heater, and the exhaust port of an exhaust pipe, a heat treating atmosphere can be held on predetermined conditions, and good heat treatment can be performed.

[0036]Also in the heat treating furnace (hearth revolving heat treating furnace) constituted so that a hearth might be rotated at the rate of predetermined as mentioned above, Since the exhaust pipe inserted and allocated in the heater which was inserted and allocated in the heat treating zone, and with which the principal part has spiral shape, and its inside functions as a heating method and a flue connector (flueway) as mentioned above, it becomes possible to heat-treat a heat-processed object certainly efficiently.

[0037]By using the exhaust pipe which makes an exhaust port the slit formed almost in parallel with shaft orientations as an exhaust pipe, Since the combustion gas emitted in a heat treating zone from the lapped part (portion which sets a predetermined interval to the shaft orientations of an exhaust pipe, and is located in them) of the crevice between the spiral parts of a heater and the exhaust port of an exhaust pipe etc. are exhausted, It becomes possible to perform uniform exhaust air, a heat treating atmosphere can be held on predetermined conditions, and good heat treatment can be performed now.

[0038]When the heater which has the spiral shape which consists of silicon carbide (SiC) is used as a heater, From the mechanical strength of silicon carbide being large,

the collapse in a furnace by breakage of the exhaust pipe under heat treatment which was set to the conventional heat treating furnace can be prevented, and efficient good heat treatment can be performed.

[0039] Since the lapped part of the crevice between the spiral parts of a heater and the exhaust port of an exhaust pipe moves and the position bias is lost when it is made to rotate said exhaust pipe, it becomes possible to perform more uniform exhaust air.

[0040] When it constitutes in an above-mentioned heat treating furnace (hearth revolving heat treating furnace) so that a controlled atmosphere may be supplied from the circumference of a furnace body, uniform supply of a controlled atmosphere, It becomes possible to perform uniform discharge of the combustion gas emitted during heat treatment, or an unconsumed controlled atmosphere, a heat treating atmosphere is stabilized, and better heat treatment can be performed.

DESCRIPTION OF DRAWINGS

[Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1] It is a figure showing the heat treating furnace concerning one example of this invention, and (a) is a top view and (b) is a transverse-plane sectional view.

[Drawing 2] It is a figure showing the structure which consists of a heater (center-section heater) used for the heat treating furnace concerning one example of this invention, and an exhaust pipe, and (a) is a front view and (b) is a top view.

[Drawing 3] It is an enlarged drawing showing the important section of the structure which consists of a heater (center-section heater) used for the heat treating furnace concerning one example of this invention, and an exhaust pipe.

[Drawing 4] It is a figure showing the conventional heat treating furnace, and (a) is a top view and (b) is a transverse-plane sectional view.

[Description of Notations]

1 Furnace body

2 Controlled atmosphere feed hopper

3 Hearth

4 Heat-processed object

5 Heat treating zone

6 Heater (center-section heater)

6a The band-like member which constitutes a center-section heater

6b Spiral part

7 Heater (periphery heater)

8 Heat-processed object placing part

9 Hearth plate

10 Exhaust pipe

10a Slit

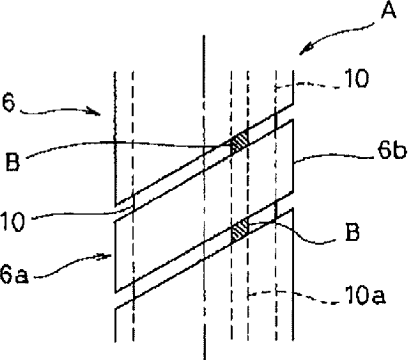
11 Crevice

The structure which consists of an A center-section heater and an exhaust pipe

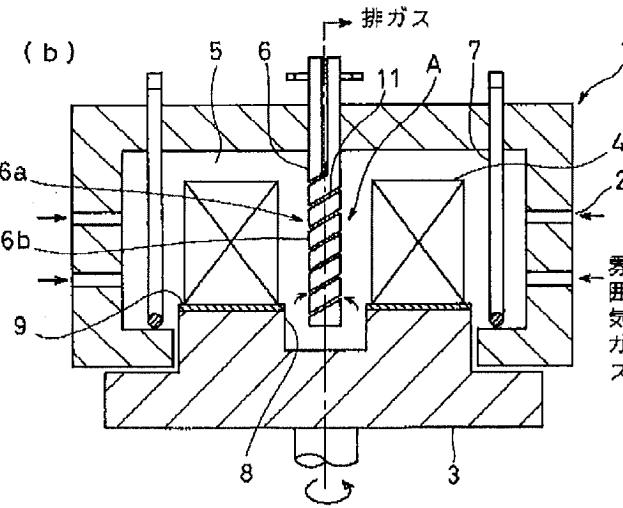
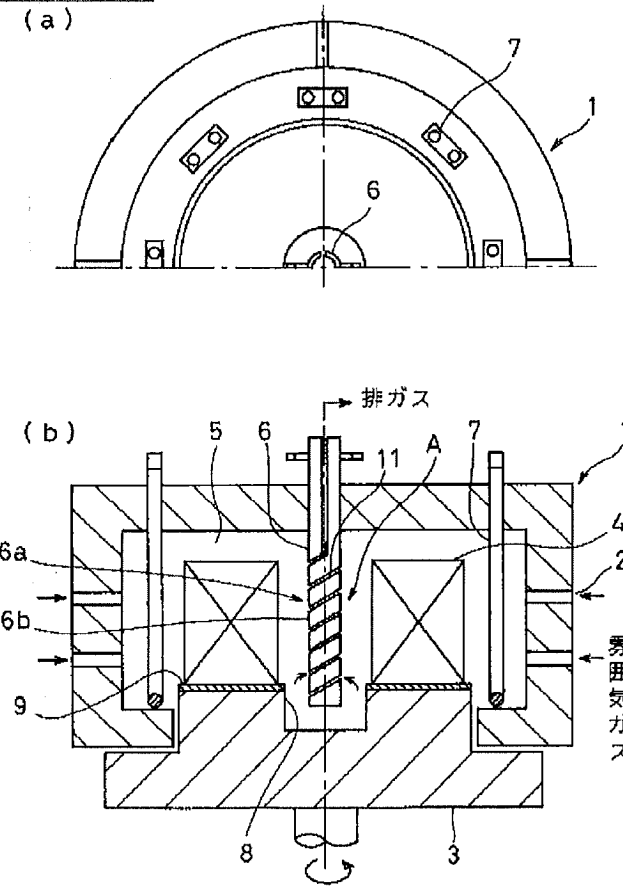
The lapped part of the crevice between B center-section heaters, and the slit of an

exhaust pipe
DRAWINGS

[Drawing 3]

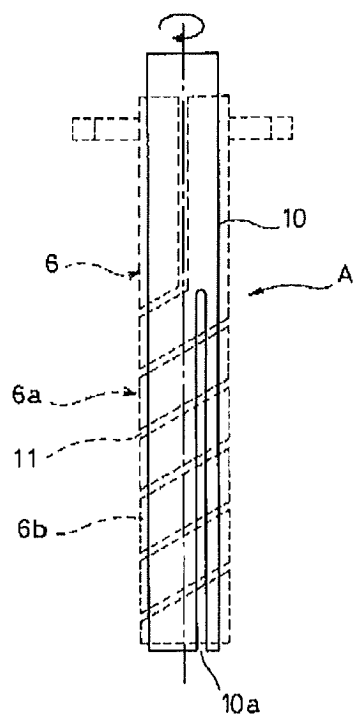


[Drawing 1]

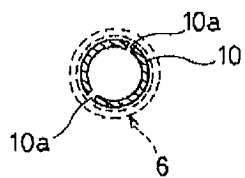


[Drawing 2]

(a)

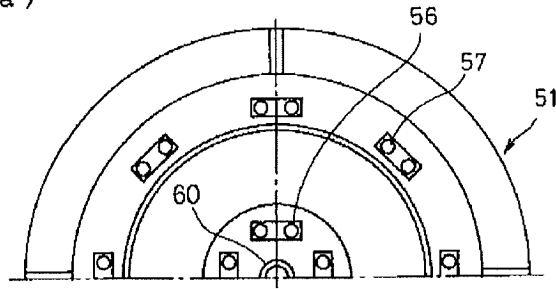


(b)

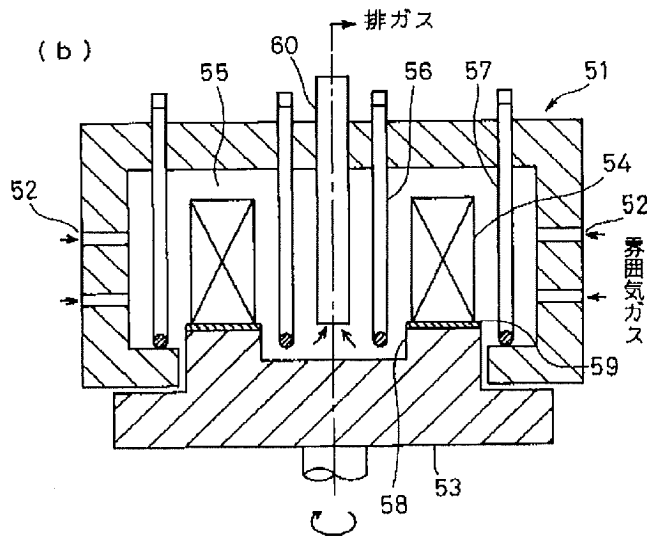


[Drawing 4]

(a)



(b)



CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] A heat treating furnace comprising:

A heater which was inserted and allocated in a heat treating zone where heat treatment of a heat-processed object is performed and with which the principal part has spiral shape.

An exhaust pipe with which an exhaust port through which the combustion gas emitted in a heat treating zone on the side attachment wall etc. which were inserted and allocated inside [which has said spiral shape] a heater pass was formed.

[Claim 2] The heat treating furnace comprising according to claim 1:

A hearth with possible making it rotate at the rate of predetermined [in which a heat-processed object is laid].

A furnace body which forms a heat treating zone where heat treatment of a heat-processed object is performed with said hearth.

A heater which was inserted and allocated in a center section of said heat treating zone so that it might become a rotation center axis and the abbreviated same axle of said hearth and with which the principal part has spiral shape.

An exhaust pipe with which an exhaust port through which the combustion gas

emitted in a heat treating zone on the side attachment wall etc. which were inserted and allocated inside [which has said spiral shape] a heater pass was formed.

[Claim 3]The heat treating furnace according to claim 1 or 2, wherein an exhaust port of said exhaust pipe is the slit formed almost in parallel with shaft orientations.

[Claim 4]The heat treating furnace according to claim 1, 2, or 3, wherein said heater is what consists of silicon carbide (SiC).

[Claim 5]The heat treating furnace according to claim 1, 2, 3, or 4 characterized by making it make an opposite direction rotate said exhaust pipe to a hand of cut of said hearth.

[Claim 6]The heat treating furnace according to claim 2, 3, 4, or 5 supplying a controlled atmosphere from the circumference of said furnace body.

[Translation done.]

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平8-219648

(43)公開日 平成8年(1996)8月30日

(51)Int.Cl.⁶

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

F 2 7 B 7/20

F 2 7 B 7/20

C 0 4 B 35/64

C 0 4 B 35/64

D

審査請求 未請求 請求項の数6 F D (全 7 頁)

(21)出願番号

特願平7-43394

(22)出願日

平成7年(1995)2月7日

(71)出願人 000006231

株式会社村田製作所

京都府長岡京市天神二丁目26番10号

(72)発明者 山田 裕嗣

京都府長岡京市天神二丁目26番10号 株式

会社村田製作所内

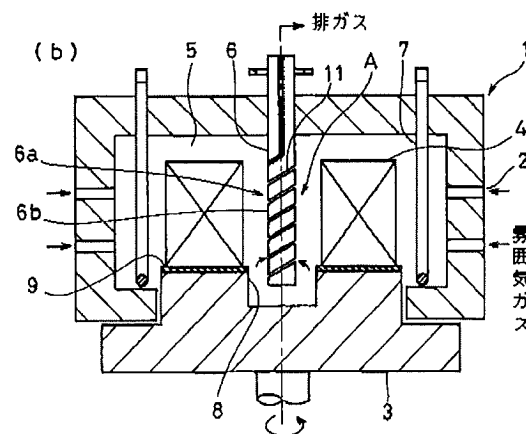
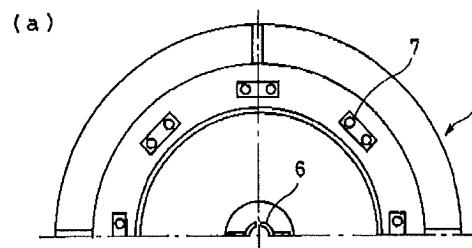
(74)代理人 弁理士 西澤 均

(54)【発明の名称】 熱処理炉

(57)【要約】

【目的】 炉寸法に対して熱処理ゾーンを大きくとることが可能で、被熱処理物を効率よく熱処理することが可能な熱処理炉を提供することを目的とする。

【構成】 被熱処理物4の熱処理を行う熱処理ゾーン5に、主要部がスパイラル形状を有するヒータ（中央部ヒータ）6を挿入、配設するとともに、該ヒータ6の内側に、その側壁に熱処理ゾーン5内で発生する燃焼ガスなどが通過する排気口10aが形成された排気管10を挿入、配設する。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 被熱処理物の熱処理が行われる熱処理ゾーンに挿入、配設された、主要部がスパイラル形状を有するヒータと、

前記スパイラル形状を有するヒータの内側に挿入、配設された、その側壁に熱処理ゾーン内で発生する燃焼ガスなどが通過する排気口が形成された排気管とを具備することを特徴とする熱処理炉。

【請求項2】 被熱処理物が載置される、所定の速度で回転させることが可能な炉床と、

前記炉床とともに、被熱処理物の熱処理が行われる熱処理ゾーンを形成する炉本体と、

前記炉床の回転中心軸と略同軸になるように、前記熱処理ゾーンの中央部に挿入、配設された、主要部がスパイラル形状を有するヒータと、

前記スパイラル形状を有するヒータの内側に挿入、配設された、その側壁に熱処理ゾーン内で発生する燃焼ガスなどが通過する排気口が形成された排気管とを具備することを特徴とする請求項1記載の熱処理炉。

【請求項3】 前記排気管の排気口が軸方向と略平行に形成されたスリットであることを特徴とする請求項1又は2記載の熱処理炉。

【請求項4】 前記ヒータが、炭化珪素(SiC)からなるものであることを特徴とする請求項1、2又は3記載の熱処理炉。

【請求項5】 前記排気管を、前記炉床の回転方向に対して逆方向に回転させるようにしたことを特徴とする請求項1、2、3又は4記載の熱処理炉。

【請求項6】 雰囲気ガスを前記炉本体の周囲から供給するようにしたことを特徴とする請求項2、3、4又は5記載の熱処理炉。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、熱処理炉に関し、詳しくは、セラミックス電子部品の製造に用いられるセラミックス素体などを熱処理する場合に用いられる熱処理炉に関する。

【0002】

【従来の技術】セラミックス電子部品などを製造する工程において用いられる熱処理炉の一つとして、例えば、図4(a)、(b)に示すような熱処理炉(炉床回転式熱処理炉)がある。この熱処理炉は、周囲に雰囲気ガス供給口52が配設された炉本体51と、炉本体51の下部に回転及び昇降可能に配設された炉床53と、炉本体51と炉床53から形成された、被熱処理物54の熱処理を行う熱処理ゾーン55の中央部に垂直に挿入、配設されたヒータ(中央部ヒータ)56と、熱処理ゾーン55の周辺部に所定の間隔をおいて垂直に挿入、配設されたヒータ(周辺部ヒータ)57と、熱処理ゾーン55内で発生する燃焼ガスや未消費の雰囲気ガスなどを排気するた

めのアルミナ質の材料などからなる排気管60とを備えて構成されている。

【0003】この熱処理炉により被熱処理物54の熱処理を行う場合、まず炉床53を下降させ、その上面の他よりも一段高くなった被熱処理物載置部58に設置された環状の炉床プレート59上に被熱処理物54を載置した後、炉床53を上昇させて炉本体51と嵌合させる。そして、炉床53を回転させながら、炉本体51の周囲の雰囲気ガス供給口52から雰囲気ガスを供給しつつ熱処理ゾーン55内を所定の温度に加熱して被熱処理物54の熱処理を行う。なお、熱処理中に発生した燃焼ガスや未消費の雰囲気ガスなどは、排気管60を経て系外に配設される。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】しかし、上記従来の熱処理炉においては、

①炉内温度分布を均一にするために、中心に近い位置と外周に近い位置の両方に中央部ヒータ56及び周辺部ヒータ57を配設する必要があるが、被熱処理物54が載置される炉床プレート59の面積が炉寸法に対して小さくなり、熱処理の効率が低下する

②中央部の排気管60は、通常、高温に耐える材料としてアルミナ質の材料が用いられることが多いが、それでも破損が生じることを完全に防止することは困難で、炉内に積まれた被熱処理物54がくずれること(炉内くずれ)による被害は無視できないものである。さらに、炉内上下方向のガス排気を均一にするために、排気管60の側面にらせん状に小孔を設けることもあるが、それが排気管60の折損を招く場合がある。なお、この排気管60の折損を瞬時に検出することは現状では困難であり、被害の増大を招く結果ともなるというような問題点がある。

【0005】本発明は、上記問題点を解決するものであり、炉寸法に対して熱処理ゾーンを大きくとることが可能で、被熱処理物を効率よく熱処理することが可能な熱処理炉、さらには、従来の熱処理炉においてみられたような熱処理中の排気管の折損による炉内くずれを防止して、効率よく良好な熱処理を行うことが可能な熱処理炉を提供することを目的とする。

【0006】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するために、本発明の熱処理炉は、被熱処理物の熱処理が行われる熱処理ゾーンに挿入、配設された、主要部がスパイラル形状を有するヒータと、前記スパイラル形状を有するヒータの内側に挿入、配設された、その側壁に熱処理ゾーン内で発生する燃焼ガスなどが通過する排気口が形成された排気管とを具備することを特徴としている。

【0007】また、本発明の熱処理炉は、被熱処理物が載置される、所定の速度で回転させることが可能な炉床と、前記炉床とともに、被熱処理物の熱処理が行われる

熱処理ゾーンを形成する炉本体と、前記炉床の回転中心軸と略同軸になるように、前記熱処理ゾーンの中央部に挿入、配設された、主要部がスパイラル形状を有するヒータと、前記スパイラル形状を有するヒータの内側に挿入、配設された、その側壁に熱処理ゾーン内で発生する燃焼ガスなどが通過する排気口が形成された排気管とを具備することを特徴としている。

【0008】なお、この熱処理炉においては、前記スパイラル状のヒータ以外に、例えば、熱処理ゾーンの周辺部などにヒータを配設することを妨げるものではない。

また、前記スパイラル状のヒータ以外のヒータについてはその形状に特別の制約はない。

【0009】また、前記排気管の排気口が軸方向と略平行に形成されたスリットであることを特徴としている。

【0010】さらに、前記ヒータが、炭化珪素(SiC)からなるものであることを特徴としている。

【0011】また、前記排気管を、前記炉床の回転方向に対して逆方向に回転させるようにしたことを特徴としている。

【0012】さらに、雰囲気ガスを前記炉本体の周囲から供給するようにしたことを特徴としている。

【0013】
【作用】被熱処理物の熱処理が行われる熱処理ゾーンに挿入、配設された、主要部がスパイラル形状を有するヒータの内側に、その側壁に熱処理ゾーン内で発生する燃焼ガスなどが通過する排気口が形成された排気管が挿入、配設されているため、ヒータを設置するためのスペースに排気管を設置することが可能になり、ヒータ又は排気管を別個に設けるためのスペースが不要となる。したがって、炉寸法に対して熱処理ゾーンを大きくとることが可能になり、被熱処理物を効率よく熱処理することができるようになる。

【0014】また、ヒータのスパイラル部の隙間と排気管の排気口の重なり部分から、熱処理ゾーン内で発生する燃焼ガスなどが偏りなく均一に排気されるため、熱処理雰囲気を所定の条件に保持して良好な熱処理を行うことが可能になる。

【0015】また、上述のように炉床を所定の速度で回転させるように構成した熱処理炉(炉床回転式熱処理炉)においても、熱処理ゾーンに挿入、配設された、主要部がスパイラル形状を有するヒータ及びその内側に挿入、配設された排気管が上記のように機能するため、被熱処理物を効率よく確実に熱処理することが可能になる。

【0016】また、前記排気管の排気口として、軸方向に略平行にスリットを形成した場合には、ヒータのスパイラル部の隙間と排気管の排気口(スリット)の重なり部分(この場合には、排気管の軸方向に所定の間隔をおいて形成される)から熱処理ゾーン内で発生する燃焼ガスなどが排気されることになるため、偏りなく均一な排

気を行うことが可能になり、熱処理雰囲気を所定の条件に確実に保持してより良好な熱処理を行うことが可能になる。

【0017】また、ヒータとして、炭化珪素(SiC)からなるスパイラル形状を有するヒータを用いた場合には、炭化珪素の機械的強度が大きいことから、従来の熱処理炉においてみられたような熱処理中の排気管の折損による炉内くずれを防止して、効率よく良好な熱処理を行うことが可能になる。

【0018】また、前記排気管を炉床の回転方向と逆方向に回転させるようにした場合、ヒータのスパイラル部の隙間と排気管の排気口の重なり部分の相対的な位置が移動して、その位置的な偏りがなくなるため、より均一な排気を行うことが可能になる。

【0019】また、上述の熱処理炉(炉床回転式熱処理炉)において、雰囲気ガスを炉本体の周囲から供給するように構成した場合、雰囲気ガスの均一な供給と、熱処理中に発生した燃焼ガスや未消費の雰囲気ガスの均一な排出を行うことが可能になり、熱処理雰囲気を安定させて、より良好な熱処理を行うことが可能になる。

【0020】

【実施例】以下、本発明の実施例を図に基づいて説明する。図1は本発明の一実施例にかかる熱処理炉を示す図であり、(a)は平面図、(b)は正面断面図である。

【0021】この実施例の熱処理炉(炉床回転式熱処理炉)は、図1(a)、(b)に示すように、周囲に雰囲気ガス供給口2が配設された炉本体1と、炉本体1の下部に回転及び昇降可能に配設された炉床3と、炉本体1と炉床3から形成された、被熱処理物4の熱処理を行う熱処理ゾーン5の中央部に、炉床の回転中心軸と略同軸になるように、垂直に挿入、配設された炭化珪素(SiC)からなるヒータ(中央部ヒータ)6と、熱処理ゾーン5の周辺部に所定の間隔をおいて垂直に配設された複数のヒータ(周辺部ヒータ)7と、中央部ヒータ6の内側に配設された排気管10とを備えて構成されている。

【0022】そして、この実施例の熱処理炉においては、中央部ヒータ6として、帯状の部材6aをスパイラル状に成形してなるヒータが用いられている。

【0023】また、中央部ヒータ6の内側に挿入、配設された排気管10(図2、図3)には、排気口として、その軸方向に略平行に2つのスリット10aが形成されている。また、この排気管10は、炉床3の回転方向とは逆方向に回転するように構成されている。なお、排気管10の底部は、焼成条件や熱処理ゾーン5の形状などにより、開口しているほうが好ましい場合や開口していないほうが好ましい場合があるが、この実施例においては、より均一な排気を可能にするため底部を塞いだ排気管10を用いている。

【0024】そして、この中央部ヒータ6と排気管10からなる構造体Aは、熱処理ゾーン5内を加熱、昇温す

10

20

30

40

50

るための加熱手段として機能するとともに、熱処理ゾーン5内で発生する燃焼ガスや未消費の雰囲気ガスなどを排気するための排気筒（排気通路）としても機能する。すなわち、この構造体Aにおいては、中央部ヒータ6のスパイラル部6bを構成する帯状の部材6aの隙間11と排気管10のスリット（排気口）10aの重なり部分（排気管10の軸方向に所定の間隔をおいて形成される）B（図3）が、熱処理ゾーン5内で発生する燃焼ガスや未消費の雰囲気ガスなどが通過する排気口として機能するように構成されている。

【0025】なお、この実施例の熱処理炉においては、排気管10を炉床3の回転方向とは逆方向に回転させるようにしているので、中央部ヒータ6のスパイラル部6bの隙間11と排気管10のスリット（排気口）10aの重なり部分の相対的な位置が効率よく移動して、その位置的な偏りがなくなるため、より均一な排気を行うことが可能になる。

【0026】次に、この実施例の熱処理炉を用いて被熱処理物の熱処理を行う方法について説明する。被熱処理物4の熱処理を行う場合、まず炉床3を下降させ、その上面の他よりも一段高くなった被熱処理物載置部8に置かれた環状の炉床プレート9上に被熱処理物4を載置した後、炉床3を上昇させて炉本体1と嵌合させる。そして、炉本体1の周囲の雰囲気ガス供給口2から雰囲気ガスを供給して熱処理ゾーン5内を所定の雰囲気に保ちつつ、炉床3を回転させながら熱処理ゾーン5内を所定の温度に加熱して被熱処理物4の熱処理を行う。

【0027】なお、熱処理中に発生した燃焼ガスや未消費の雰囲気ガスなどは、中央部ヒータ6のスパイラル部6bを構成する帯状の部材6aの隙間11と、炉床3の回転方向と逆方向に回転する排気管10のスリット（排気口）10aの重なり部分Bから偏りなく、均一に外部に排出される。

【0028】上記実施例の熱処理炉においては、中央部ヒータ6の内側に、スリット10aが形成された排気管10が挿入、配設されているため、中央部ヒータ6を設置するためのスペースに排気管10を設置することが可能になる。したがって、中央部ヒータ6又は排気管10を別個に設けるスペースが不要になり、炉寸法に対して熱処理ゾーン5を大きくとることができるため、被熱処理物4を効率よく熱処理することが可能になる。例えば、他の部分を従来の熱処理炉（図4(a)、(b)）と同様の構造とした場合、環状の炉床プレート9（59）の内径を小さくしてその面積を大きくすることが可能になり、被熱処理物4の積載能力を約20%程度向上させることができる。

【0029】また、上記実施例の熱処理炉においては、雰囲気ガスが炉本体1の周囲の雰囲気ガス供給口2から均一に供給されるとともに、中央部ヒータ6のスパイラル部6bを構成する帯状の部材6aの隙間11と、炉床

3の回転方向と逆方向に回転する排気管10のスリット（排気口）10aの重なり部分Bから、熱処理ゾーン5内で発生する燃焼ガスや未消費の雰囲気ガスなどが均一に排気されるため、熱処理雰囲気を安定に保持して良好な熱処理を行うことができる。

【0030】また、被熱処理物4から発生するタール分（分解ガスなど）が、中央部ヒータ6のスパイラル部6bを構成する帯状の部材6aの隙間11を通過して排気される際に、中央部ヒータ6の熱により燃焼するため、排ガス処理装置までの排気ダクト内のタール留まりを抑制、防止することができる。

【0031】また、上記実施例の熱処理炉においては、アルミナ質などからなる排気管10が、機械的強度に優れた炭化珪素（SiC）からなる中央部ヒータ6の内側に配設されているため、従来の熱処理炉においてみられたような熱処理中の排気管の折損による炉内くずれを防止して、効率よく良好な熱処理を行うことが可能になる。

【0032】さらに、例えば、中央部ヒータ6に負荷させる電気信号を検出する方法などにより、ヒータの折損を検出できるようにした場合には、ヒータの折損を事前に、あるいは折損後速やかに検出することが可能になり、さらに信頼性を向上させることができる。

【0033】なお、本発明は、上記実施例に限定されるものではなく、炉本体、炉床、ヒータなどの具体的な形状や構造あるいは材質などに関し、発明の要旨の範囲内において種々の応用、変形を加えることが可能である。

【0034】

【発明の効果】上述のように、本発明の熱処理炉は、熱処理ゾーンに、主要部がスパイラル形状を有するヒータを挿入、配設するとともに、その内側に熱処理ゾーン内で発生する燃焼ガスなどが通過する排気口が形成された排気管を挿入、配設するようにしているので、ヒータを設置するためのスペースに排気管を設置することが可能になる。したがって、ヒータ又は排気管を別個に設けるスペースが不要になり、炉寸法に対して熱処理ゾーンを大きくとることが可能になるため、被熱処理物を効率よく熱処理することが可能になる。

【0035】また、ヒータのスパイラル部の隙間と排気管の排気口の重なり部分から、熱処理ゾーン内で発生する燃焼ガスなどが均一に排気されるため、熱処理雰囲気を所定の条件に保持して良好な熱処理を行うことができる。

【0036】また、上述のように炉床を所定の速度で回転させるように構成した熱処理炉（炉床回転式熱処理炉）においても、熱処理ゾーンに挿入、配設された、主要部がスパイラル形状を有するヒータ及びその内側に挿入、配設された排気管が、上述のように加熱手段及び排気筒（排気通路）として機能するため、被熱処理物を効率よく確実に熱処理することが可能になる。

【0037】また、排気管として、軸方向に略平行に形成されたスリットを排気口とする排気管を用いることにより、ヒータのスパイラル部の隙間と排気管の排気口の重なり部分（排気管の軸方向に所定の間隔をおいて位置する部分）から熱処理ゾーン内で発生する燃焼ガスなどが排気されるため、均一な排気を行うことが可能になり、熱処理雰囲気を所定の条件に保持して良好な熱処理を行うことができるようになる。

【0038】また、ヒータとして、炭化珪素（SiC）からなるスパイラル形状を有するヒータを用いた場合には、炭化珪素の機械的強度が大きいことから、従来の熱処理炉においてみられたような熱処理中の排気管の折損による炉内くずれを防止して、効率よく良好な熱処理を行うことができる。

【0039】さらに、前記排気管を回転させるようにした場合、ヒータのスパイラル部の隙間と排気管の排気口の重なり部分が移動して、その位置的な偏りがなくなるため、より均一な排気を行うことが可能になる。

【0040】また、上述の熱処理炉（炉床回転式熱処理炉）において、雰囲気ガスを炉本体の周囲から供給するように構成した場合、雰囲気ガスの均一な供給と、熱処理中に発生した燃焼ガスや未消費の雰囲気ガスの均一な排出を行うことが可能になり、熱処理雰囲気を安定させて、より良好な熱処理を行うことができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の一実施例にかかる熱処理炉を示す図であり、(a)は平面図、(b)は正面断面図である。

【図2】本発明の一実施例にかかる熱処理炉に用いられているヒータ（中央部ヒータ）と排気管からなる構造体を示す図であって、(a)は正面図、(b)は平面図である。

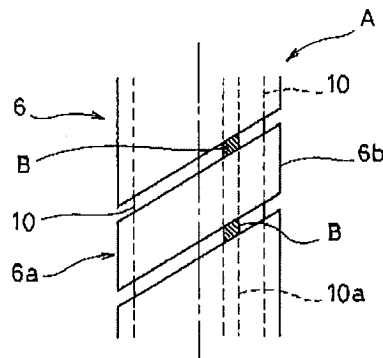
【図3】本発明の一実施例にかかる熱処理炉に用いられているヒータ（中央部ヒータ）と排気管からなる構造体の要部を示す拡大図である。

【図4】従来の熱処理炉を示す図であり、(a)は平面図、(b)は正面断面図である。

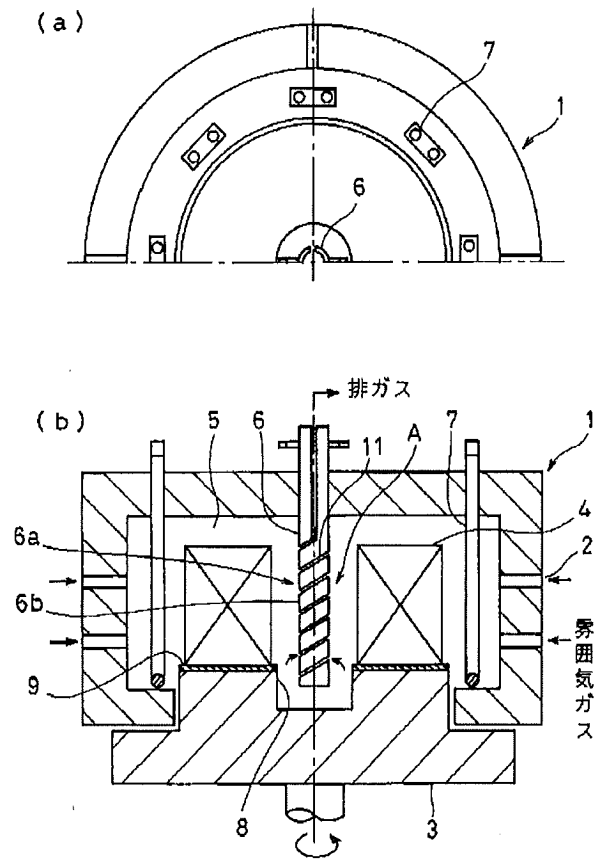
【符号の説明】

1	炉本体
2	雰囲気ガス供給口
3	炉床
4	被熱処理物
5	熱処理ゾーン
6	ヒータ（中央部ヒータ）
6 a	中央部ヒータを構成する帯状の部材
6 b	スパイラル部
7	ヒータ（周辺部ヒータ）
8	被熱処理物載置部
9	炉床プレート
10	排気管
10 a	スリット
11	隙間
A	中央部ヒータと排気管からなる構造体
B	中央部ヒータの隙間と排気管のスリットの重なり部分

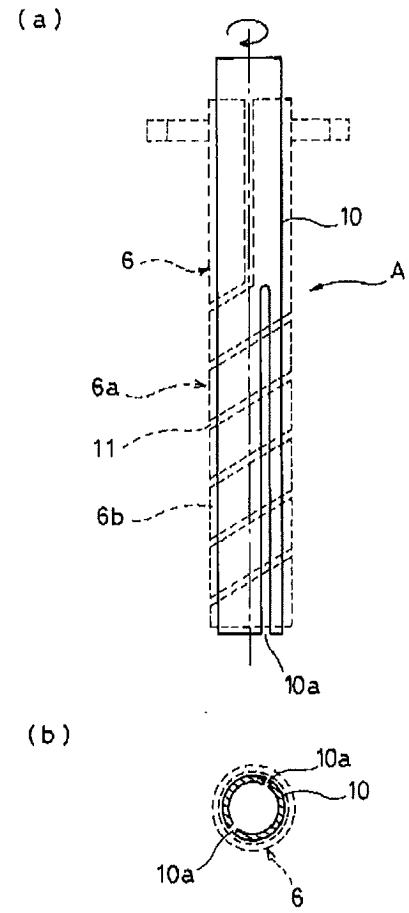
【図3】



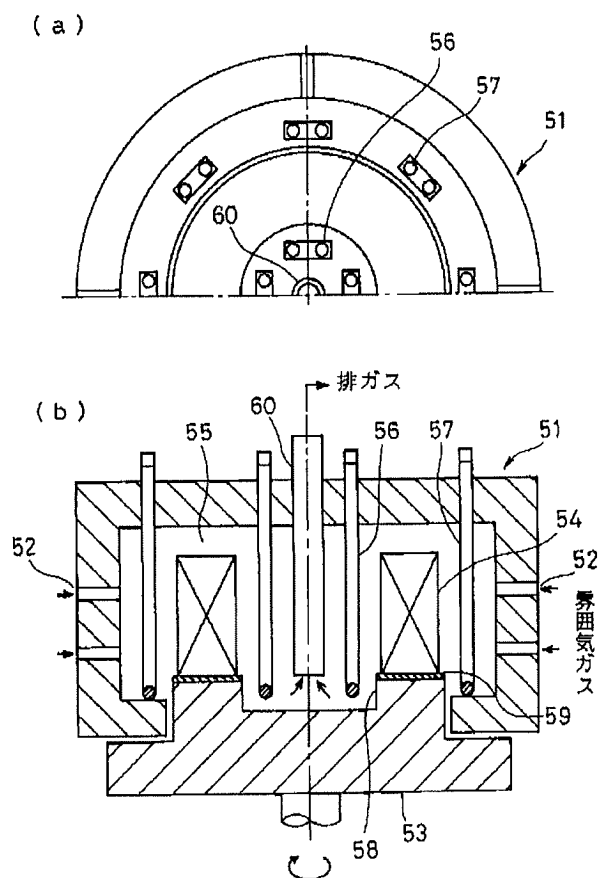
【図1】



【図2】



【図4】



PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : **2001-181047**

(43)Date of publication of application : **03.07.2001**

(51)Int.Cl. **C04B 35/565**

H05B 3/14

(21)Application number : **11-364109** (71)Applicant : **TOKAI KONETSU KOGYO CO LTD**

(22)Date of filing : **22.12.1999** (72)Inventor : **SATO AKIHIKO
ONISHI NOBUMICHI**

(54) **SILICON CARBIDE HEATING ELEMENT**

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a recrystallized silicon carbide heating element stably usable in a corrosive gas atmosphere over a long period and excellent in durability.
SOLUTION: This silicon carbide heating element is characterized in that heating parts are composed of a recrystallized SiC and an Al₂O₃/CaO/Na₂O composite composition comprising a composition of 50-80 wt.% of Al₂O₃, 10-35 wt.% of CaO and 2-10 wt.% of Na₂O is filled in the surfaces of binding parts among SiC particles of the recrystallized SiC.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention is excellent in endurance and relates to the silicon carbide heating element which can be conveniently used as a resistance heating element used under the atmosphere especially put to corrosive gas, such as halogen gas and hydrogen.

[0002]

[Description of the Prior Art] The silicon carbide sintered compact is excellent in heat resistance, thermal shock resistance, corrosion resistance, the high-temperature-strength characteristic, etc., and since resistance has a value suitable for a heating element, useful [of it] is carried out as a resistance heating element of a high temperature service from the former.

[0003] A silicon carbide sintered compact SiC powder by extrusion-molding method, a slip casting method, etc. How to fabricate, heat-treat and recrystallize in predetermined shape, such as a rod, a pipe, and a sheet, Fabricate SiC powder and carbonaceous powder mixture, and it is impregnated and metal Si fused at the elevated temperature to the Plastic solid is heat-treated, It is manufactured by

methods, such as a reaction sintering method which combines SiC powder by the aggregated particle of SiC generated by the solid phase-liquid phase reaction of carbon and Si, or an ordinary pressure sintering process using sintering assistant **. [0004] Among these, since it is manufactured by [which the recrystallization silicon carbide sintered compact mixed the organic binder to SiC powder, and fabricated in predetermined shape] carrying out after baking treatment, Since it is large-sized, and the sintered compact of complicated shape can be obtained and there is also no mixing of the impurity by addition of sintering assistant ** etc., purity is high, and since physical properties, such as an electric resistance characteristic, are also stable, it is widely used as a heating element.

[0005]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] The silicon carbide sintered compact by recrystallizing method heat-treats the Plastic solid which mixed and fabricated the organic binder to SiC powder at a not less than 2100 ** elevated temperature, Between SiC particles is combined by the grain growth of SiC powder through processes, such as surface diffusion and evaporation condensation, Since an organization is formed, the bond part of SiC particles and SiC particles exists in organization, and the thickness and the number of these bond parts not only govern a mechanical strength and an electrical property, but have become a major dominant factor also about a chemical durability ***** life.

[0006] That is, since the bond part between this SiC particle has corrosion resistance and low intensity compared with other portions, when it is put to corrosive gas atmosphere, this bond part is eroded and it deteriorates, and there is a fault from which it becomes difficult to continue, and to use it for a long period of time, being stabilized.

[0007] When especially put to a strong corrosive gas atmosphere like halogen gas, such as chlorine and fluoride, or hydrogen gas, the bond part between SiC particles is eroded by the corrosive gas which invaded, and there is a problem it becomes impossible to use as a heating element comparatively for a short period of time.

[0008] In order to cancel the above-mentioned problem which the silicon carbide heating element which consists of a SiC sintered compact of the quality of recrystallization has, this invention persons, By depositing the composite composition which consists of aluminum₂O₃, CaO, and Na₂O on the surface of the bond part between the SiC particles which constitute the silicon carbide sintered compact of the quality of recrystallization, and specifying the presentation as it further, as a result of advancing research wholeheartedly, It found out that the silicon carbide heating element excellent in endurance was obtained.

[0009] That is, this invention is what was completed based on the above-mentioned knowledge, and the purpose has high corrosion resistance and it is in providing the silicon carbide heating element of the quality of recrystallization excellent in the endurance which can continue at a long period of time and can be stably used into corrosive gas atmosphere.

[0010]

[Means for Solving the Problem] A silicon carbide heating element by this invention for attaining the above-mentioned purpose, An exothermic part consists of the quality SiC of recrystallization, and on the surface of a bond part between SiC particles of the quality SiC of recrystallization aluminum₂O₃ 50 – 80wt%, It is characterized [constitutional] by making an aluminum₂O₃/CaO/Na₂O composite composition which consists of Na₂O 2 – 10wt% of presentation come to deposit CaO 10 – 35wt%.

[0011]

[Embodiment of the Invention] The silicon carbide heating element of this invention consists of the quality SiC of recrystallization, and the quality SiC of recrystallization is manufactured in accordance with a conventional method. To the SiC powder which carried out grain refining, namely, solvents, such as water or alcohol, And organic binders, such as polyvinyl alcohol, methyl cellulose, and carboxyl methyl cellulose, are added, and it mixes, it fabricates by the means of daily use, such as extrusion molding and press forming, and a desired Plastic solid is produced. Subsequently, the nature SiC Plastic solid of recrystallization is acquired by heating and carrying out baking treatment of the Plastic solid to the temperature of not less than 2100 **.

[0012] Thus, since it consists of organization which both the SiC particles that carried out grain growth combined mutually and an opening exists around the bond part between SiC particles, the organization of the acquired nature SiC Plastic solid of recrystallization has the porosity which is usually about 15 to 30%. When the silicon carbide heating element which consists of this quality SiC of recrystallization is used under corrosive gas atmosphere, such as halogen gas and hydrogen gas, These corrosive gas will invade into an inside from the silicon carbide heating element surface, the bond part between SiC particles will mainly be eroded, degradation of the organization of the quality SiC of recrystallization will be caused, and a use life will shorten.

[0013] The silicon carbide heating element of this invention on the surface of the bond part between this SiC particle. It was considered as the organization which deposited the aluminum₂O₃/CaO/Na₂O composite composition excellent in the heat resistance and corrosion resistance which consist of Na₂O 2 – 10wt% of presentation CaO 10 – 35wt% aluminum₂O₃ 50 – 80wt%. Namely, corrosion-resistant high aluminum₂O₃ to corrosive gas is used as the main ingredients, A heatproof and corrosion resistance are high by specifying the ingredient of the aluminum₂O₃/CaO/Na₂O composite composition which consists of CaO which functions in order to give oxidation resistance, and Na₂O which functions further in order to improve adhesion with the bond part between SiC particles, and its presentation, Offer of the long lasting silicon carbide heating element excellent in endurance is enabled.

[0014] The reason for setting the presentation of the aluminum₂O₃/CaO/Na₂O composite composition which deposits as a mentioned range, When it is inferior to corrosion resistance in the composition ratio of aluminum₂O₃ being less than [50wt%] and 80wt% is exceeded on the other hand, junction power with the bond part between SiC particles will decline, and oxidation resistance will also be inferior. It is because a result which is inferior in corrosion resistance will be brought if oxidation resistance is

not enough if CaO is less than 10wt%, Na₂O has low junction power with a bond part less than [2wt%], and is [when it exceeds 35wt%, a corrosion-resistant fall will be caused,] inferior to adhesion and 10wt% is exceeded.

[0015] Thus, the silicon carbide heating element of this invention on the surface of the bond part between the SiC particles of the quality SiC of recrystallization.

aluminum₂O₃ 50 – 80wt%, CaO 10 – 35wt%, have the feature at the point made into the organization which deposited the aluminum₂O₃/CaO/Na₂O composite composition excellent in the heat resistance and corrosion resistance which consist of Na₂O 2 – 10wt% of presentation, and As a result, corrosion resistance, It becomes possible to plan improved efficiency, such as oxidation resistance and adhesion.

[0016] The water dispersion which the silicon carbide heating element of this invention mixed the fines of CaO and Na₂CO₃ to the water dispersion and alumina sol which distributed the fines of aluminum₂O₃, CaO, and Na₂O by the predetermined weight ratio, and was prepared, Or by spreading, immersion, or other means, the nature SiC Plastic solid of recrystallization is impregnated, and the solution which dissolved the water soluble salts of aluminum, Ca, and Na by the predetermined weight ratio is dried and heat-treated, It is manufactured by depositing an aluminum₂O₃/CaO/Na₂O composite composition on the surface of the bond part between SiC particles.

[0017] It is formed in the state where it was preferred to perform heat treatment at the temperature of not less than 1300 °C for 4 hours or more, and the composite composition of aluminum₂O₃/CaO/Na₂O deposited on the surface of the bond part of SiC particles and SiC particles by this heat treatment, and it was printed and stuck to the bond part. Although a part of SiC of the bond part between SiC particles oxidizes at the time of this heat treatment and SiO₂ generates, the effective function of the generated SiO₂ is carried out with Na₂O at improvement in adhesion with a bond part.

[0018]

[Example] Hereafter, the example of this invention is concretely described as contrasted with a comparative example.

[0019] With the conventional method, the silicon carbide heating element which consists of a cylindrical nature SiC Plastic solid of recrystallization (20 mm in diameter, the head of the exothermic part of 250 mm, Manager Hata of 250 mm each of both ends, and 750 mm in overall length) was produced.

[0020] Example 1 -- the exothermic part of this silicon carbide heating element -- aluminum₂O₃ fines 69wt%, CaO fines 24wt%, it mixed at Na₂O fines 7wt% of a rate, and after impregnating and drying, the water dispersion which added and created the organic binder and the dispersing agent was heated in temperature of 1380 °C among the atmosphere, and was held for 4 hours. On the surface of the bond part between SiC particles, the aluminum₂O₃/CaO/Na₂O composite composition was deposited by this heat treatment, and the silicon carbide heating element of this invention was manufactured.

[0021] Next, in order to examine the endurance in corrosive gas atmosphere, this silicon carbide heating element was set to the core box type resistance furnace, the furnace atmosphere was changed, and furnace operation was carried out for 1000

hours on condition of the degree of furnace temperature of 1300 **, and surface load density 5W/cm². As a furnace atmosphere, it held in a steam atmosphere, a nitrogen gas atmosphere, and fluorine gas atmosphere, respectively.

[0022]Durability test in corrosive gas atmosphere was done on the same conditions as Example 1 about the unsettled silicon carbide heating element used as it was, without impregnating the exothermic part of the silicon carbide heating element produced with the conventional method of the comparative example 1 above in a water dispersion.

[0023]Coating treatment was performed to the exothermic part of the silicon carbide heating element produced with the conventional method of the comparative example 2 above, and durability test in corrosive gas atmosphere was done on the same conditions as Example 1 about the silicon carbide heating element which each formed the glassiness coat, the Si₃N₄ coat, and the SiC coat.

[0024]The electrical resistance of the silicon carbide heating element before and after this furnace operation examination was measured, and the result obtained by asking for the rate of a resistance increment was shown in Table 1.

[0025]

[Table 1]

炉内雰囲気	水蒸気 雰囲気	窒素ガス 雰囲気	フッ素ガス 雰囲気
実施例 1	4 0 %	3 5 %	6 0 %
比較例 1 (未処理品)	1 0 0 %	8 0 %	2 0 0 %
比較例 2 (コート品)	5 0 % *1	5 0 % *2	1 0 0 % *3

Front notes;

*1 Glassiness coat *2 Si₃N₄ coat *3 SiC coat [0026]The result of Table 1 shows that the silicon carbide heating element of Example 1 has the small rate of increase of resistance also in which atmosphere of a steam, nitrogen gas, and fluorine gas compared with the comparative example 2 which is the comparative example 1 and coat article which are unsettled articles, and it is stable. Excelling in the corrosion resistance especially in fluorine gas atmosphere is admitted.

[0027]

[Effect of the Invention]According to [above passage] the silicon carbide heating element of this invention, on the surface of the bond part between the SiC particles of the quality SiC of recrystallization which forms an exothermic part. In aluminum₂O₃, CaO 50 - 80wt% 10 - 35wt%, Since the aluminum₂O₃/CaO/Na₂O composite composition in which Na₂O consists of a presentation of 2 - 10wt deposits, heat resistance and corrosion resistance improve remarkably, It becomes possible to continue and use it stably into corrosive gas atmosphere, such as a steam

atmosphere and halogen gas atmosphere, at a long period of time. Therefore, this invention is very useful on industry as a silicon carbide heating element excellent in the endurance used in corrosive gas atmosphere.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1]An exothermic part consists of the quality SiC of recrystallization, and on the surface of a bond part between SiC particles of the quality SiC of recrystallization. A silicon carbide heating element making an aluminum₂O₃/CaO/Na₂O composite composition which consists of Na₂O 2 – 10wt% of presentation come to deposit CaO 10 – 35wt% aluminum₂O₃ 50 – 80wt%.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2001-181047
(P2001-181047A)

(43) 公開日 平成13年7月3日(2001.7.3)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	データベース*(参考)
C 0 4 B 35/565		H 0 5 B 3/14	C 3 K 0 9 2
H 0 5 B 3/14		C 0 4 B 35/56	1. 0 1 C 4 G 0 0 1

審査請求 未請求 請求項の数 1 O L (全 4 頁)

(21) 出願番号 特願平11-364109

(22) 出願日 平成11年12月22日(1999.12.22)

(71) 出願人 000219750

東海高熱工業株式会社

東京都新宿区西新宿6丁目14番1号

(72) 発明者 佐藤 明彦

東京都新宿区西新宿6丁目14番1号 東海
高熱工業株式会社内

(72) 発明者 大西 宣道

東京都新宿区西新宿6丁目14番1号 東海
高熱工業株式会社内

(74) 代理人 100071663

弁理士 福田 保夫 (外1名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 炭化けい素発熱体

(57) 【要約】

【課題】 腐食性ガス雰囲気中で長期に亘って、安定に使用することのできる耐久性に優れた再結晶質の炭化けい素発熱体を提供する。

【解決手段】 発熱部が再結晶質SiCからなり、再結晶質SiCのSiC粒子間の結合部の表面に、Al₂O₃が50～80wt%、CaOが10～35wt%、Na₂Oが2～10wt%の組成からなるAl₂O₃/CaO/Na₂O複合組成物を充填させてなることを特徴とする炭化けい素発熱体。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 発熱部が再結晶質SiCからなり、再結晶質SiCのSiC粒子間の結合部の表面に、 Al_2O_3 50～80wt%、 CaO 10～35wt%、 Na_2O 2～10wt%の組成からなる Al_2O_3 / CaO / Na_2O 複合組成物を析出させてなることを特徴とする炭化けい素発熱体。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、耐久性に優れ、特にハロゲンガスや水素などの腐食性ガスに曝される雰囲気下で使用される抵抗発熱体として好適に用いることのできる炭化けい素発熱体に関する。

【0002】

【従来の技術】炭化けい素焼結体は耐熱性、耐熱衝撃性、耐蝕性、高温強度特性などに優れており、また抵抗値が発熱体に適した値を有しているため、従来から高温用の抵抗発熱体として有用されている。

【0003】炭化けい素焼結体は、SiC粉末を押し出し成形法や鑄込み成形法などによって、ロッド、パイプ、シートなどの所定の形状に成形し、熱処理して再結晶化する方法、SiC粉末と炭素の混合粉末を成形し、成形体に高温で溶融した金属Siを含浸して熱処理し、炭素とSiの固相-液相反応によって生成したSiCの二次粒子によりSiC粉末を結合させる反応焼結法、あるいは焼結助材を用いる常圧焼結法、などの方法により製造されている。

【0004】このうち、再結晶炭化けい素焼結体はSiC粉末に有機バインダーを混合して、所定の形状に成形したのち焼成処理することにより製造されるので、大型で複雑形状の焼結体を得ることができ、また焼結助材などの添加による不純物の混入もないので、純度が高く、電気抵抗特性などの物理的性状も安定しているため発熱体として広く用いられている。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】再結晶法による炭化けい素焼結体は、SiC粉末に有機バインダーを混合して成形した成形体を2100℃以上の高温で熱処理して、表面拡散および蒸発凝縮などのプロセスを経て、SiC粉末の粒成長によりSiC粒子間が結合され、組織が形成されるものであるから、組織構造にはSiC粒子とSiC粒子の結合部が存在し、この結合部の太さや数は、機械的強度や電気的特性を支配するだけでなく、化学的耐久性いわゆる寿命についても大きな支配的要因となっている。

【0006】すなわち、このSiC粒子間の結合部は他の部分に比べて耐蝕性や強度が低いために、腐食性ガス雰囲気中に曝された場合にはこの結合部が侵食されて劣化し、長期に亘って安定して使用することが困難となる欠点がある。

【0007】特に、塩素、フッ素などのハロゲンガスや水素ガスのような腐食性の強いガス雰囲気中に曝される場合には、侵入した腐食性ガスによりSiC粒子間の結合部が侵食されて、比較的短期間で発熱体として使用することができなくなる問題点がある。

【0008】本発明者らは、再結晶質のSiC焼結体からなる炭化けい素発熱体の有する上記問題点を解消するために、鋭意研究を進めた結果、再結晶質の炭化けい素焼結体を構成するSiC粒子間の結合部の表面に、 Al_2O_3 と CaO および Na_2O からなる複合組成物を析出し、更にその組成を特定することにより、耐久性に優れた炭化けい素発熱体を得られることを見出した。

【0009】すなわち、本発明は上記の知見に基づいて完成したもので、その目的は耐蝕性が高く、腐食性ガス雰囲気中において長期に亘って安定に使用することのできる耐久性に優れた再結晶質の炭化けい素発熱体を提供することにある。

【0010】

【課題を解決するための手段】上記の目的を達成するための本発明による炭化けい素発熱体は、発熱部が再結晶質SiCからなり、再結晶質SiCのSiC粒子間の結合部の表面に Al_2O_3 50～80wt%、 CaO 10～35wt%、 Na_2O 2～10wt%の組成からなる Al_2O_3 / CaO / Na_2O 複合組成物を析出させてなることを構成上の特徴とする。

【0011】

【発明の実施の形態】本発明の炭化けい素発熱体は再結晶質SiCからなるものであり、再結晶質SiCは常法に従って製造される。すなわち、粒度調整したSiC粉末に水あるいはアルコールなどの溶媒、およびポリビニルアルコール、メチルセルロース、カルボキシメチルセルロースなどの有機バインダーを加えて混合し、押し出し成形やプレス成形などの常用の手段により成形して、所望の成形体を作製する。次いで、成形体を2100℃以上の温度に加熱して焼成処理することにより再結晶質SiC成形体を得られる。

【0012】このようにして得られた再結晶質SiC成形体の組織は、粒成長したSiC粒子相互が互いに結合した組織構造からなり、SiC粒子間の結合部の周辺には空隙が存在するため、通常15～30%程度の気孔率を有している。この再結晶質SiCからなる炭化けい素発熱体をハロゲンガスや水素ガスなどの腐食性ガス雰囲気下で使用した場合には、これらの腐食性ガスが炭化けい素発熱体表面から内部に侵入して、主にSiC粒子間の結合部が侵食され、再結晶質SiCの組織構造の劣化を招き、使用寿命が短縮化することになる。

【0013】本発明の炭化けい素発熱体は、このSiC粒子間の結合部の表面に、 Al_2O_3 50～80wt%、 CaO 10～35wt%、 Na_2O 2～10wt%の組成からなる耐熱性および耐蝕性に優れた Al_2O_3 / CaO

／ Na_2O 複合組成物を析出させた組織構造としたことを特徴とするものである。すなわち、腐食性ガスに対する耐蝕性の高い Al_2O_3 を主成分とし、耐酸化性を付与するために機能する CaO 、更に、 SiC 粒子間の結合部との密着性を高めるために機能する Na_2O からなる Al_2O_3 ／ CaO ／ Na_2O 複合組成物の成分およびその組成を特定することにより、耐熱、耐蝕性が高く、耐久性に優れた長寿命の炭化けい素発熱体の提供を可能にしたものである。

【0014】析出する Al_2O_3 ／ CaO ／ Na_2O 複合組成物の組成を上記範囲に設定する理由は、 Al_2O_3 の組成比が50wt%未満であると耐蝕性に劣り、一方80wt%を越えると SiC 粒子間の結合部との接合力が低下し、また耐酸化性も劣ることとなる。また、 CaO が10wt%を下回ると耐酸化性が充分でなく、35wt%を上回ると耐蝕性の低下を招くこととなり、 Na_2O が2wt%未満では結合部との接合力が低く、密着性に劣り、また10wt%を越えると耐蝕性が劣る結果となるためである。

【0015】このように、本発明の炭化けい素発熱体は、再結晶質 SiC の SiC 粒子間の結合部の表面に、 Al_2O_3 50～80wt%、 CaO 10～35wt%、 Na_2O 2～10wt%の組成からなる耐熱性および耐蝕性に優れた Al_2O_3 ／ CaO ／ Na_2O 複合組成物を析出させた組織構造とした点に特徴を有し、その結果、耐蝕性、耐酸化性、密着性などの性能向上を図ることが可能となる。

【0016】本発明の炭化けい素発熱体は、 Al_2O_3 、 CaO および Na_2O の微粉を所定の重量比で分散させた水分散液やアルミナゾルに CaO および Na_2CO_3 の微粉を混合して調製した水分散液、あるいは Al 、 Ca および Na の水溶性塩類を所定の重量比で溶解した水溶液、を塗布や浸漬などの手段で再結晶質 SiC 成形体に含浸し、乾燥、熱処理して、 SiC 粒子間の結合部の表面に Al_2O_3 ／ CaO ／ Na_2O 複合組成物を析出することにより製造される。

【0017】熱処理は1300℃以上の温度で4時間以上行うことが好ましく、この熱処理により Al_2O_3 ／ CaO ／ Na_2O の複合組成物が SiC 粒子と SiC 粒子の結合部の表面に析出し、焼き付けられて結合部に密着した状態で形成される。なお、この熱処理時に SiC

粒子間の結合部の SiC の一部が酸化されて SiO_2 が生成するが、生成した SiO_2 は Na_2O とともに結合部との密着性の向上に有効機能する。

【0018】

【実施例】以下、本発明の実施例を比較例と対比して具体的に説明する。

【0019】常法により、直径20mm、発熱部長250mm、両端部の端部長各250mm、全長750mmの棒状の再結晶質 SiC 成形体からなる炭化けい素発熱体を作製した。

【0020】実施例1

この炭化けい素発熱体の発熱部に、 Al_2O_3 微粉69wt%、 CaO 微粉24wt%、 Na_2O 微粉7wt%の割合で混合し、有機バインダー、分散剤を添加して作成した水分散液を含浸し、乾燥したのち、大気中1380℃の温度に加熱して、4時間保持した。この熱処理により SiC 粒子間の結合部の表面に、 Al_2O_3 ／ CaO ／ Na_2O 複合組成物を析出させて、本発明の炭化けい素発熱体を製造した。

【0021】次に、腐食性ガス雰囲気中における耐久性を試験するために、この炭化けい素発熱体を箱型式抵抗炉にセットし、炉内雰囲気を変えて、炉内温度1300℃、表面負荷密度5W/cm²の条件で1000時間操炉した。炉内雰囲気としては、水蒸気雰囲気、窒素ガス雰囲気およびフッ素ガス雰囲気に、それぞれ保持した。

【0022】比較例1

上記の常法により作製した炭化けい素発熱体の発熱部に、水分散液を含浸することなくそのまま用いた未処理の炭化けい素発熱体について、実施例1と同一の条件で腐食性ガス雰囲気中における耐久性試験を行った。

【0023】比較例2

上記の常法により作製した炭化けい素発熱体の発熱部に、被覆処理を施して、ガラス質コート、 Si_3N_4 コート、 SiC コートを各形成した炭化けい素発熱体について、実施例1と同一の条件で腐食性ガス雰囲気中における耐久性試験を行った。

【0024】この操炉試験の前後における炭化けい素発熱体の電気抵抗を測定して、抵抗増加率を求め、得られた結果を表1に示した。

【0025】

【表1】

炉内雰囲気	水蒸気 雰囲気	窒素ガス 雰囲気	フッ素ガス 雰囲気
実施例1	40%	35%	60%
比較例1 (未処理品)	100%	80%	200%
比較例2 (コート品)	50% *1	50% *2	100% *3

表注；

*1 ガラス質コート

*2 Si_3N_4 コート

*3 SiC コート

【0026】表1の結果から、実施例1の炭化けい素発熱体は、未処理品である比較例1およびコート品である比較例2に比べて、水蒸気、窒素ガス、フッ素ガスのいずれの雰囲気においても抵抗の増加率が小さく、安定していることが判る。特にフッ素ガス雰囲気中における耐蝕性に優れていることが認められる。

【0027】

【発明の効果】以上のとおり、本発明の炭化けい素発熱体によれば、発熱部を形成する再結晶質 SiC の SiC 粒子間の結合部の表面に、 Al_2O_3 が50～80wt%、 CaO が10～35wt%、 Na_2O が2～10wtの組成からなる $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{CaO}/\text{Na}_2\text{O}$ 複合組成物が析出されているので耐熱性や耐蝕性が著しく向上し、水蒸気雰囲気やハロゲンガス雰囲気などの腐食性ガス雰囲気中において、安定に長期間に亘って使用することが可能となる。したがって、本発明は腐食性ガス雰囲気を用いる耐久性に優れた炭化けい素発熱体として工業上極めて有用である。

フロントページの続き

Fターム(参考) 3K092 QB09 QB62 QB74 UB01 VV09
4G001 BA01 BA03 BA07 BA22 BB01
BB03 BB07 BB22 BC17 BC33
BD22 BD37 BE26

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : **2001-257056**

(43)Date of publication of application : **21.09.2001**

(51)Int.Cl.

H05B 3/06

C04B 35/573

H05B 3/02

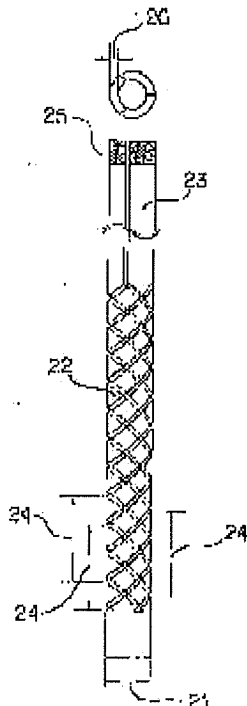
H05B 3/14

H05B 3/42

(21)Application number : **2000-111358** (71)Applicant : **TOKAI KONETSU KOGYO CO LTD**

(22)Date of filing : **09.03.2000** (72)Inventor : **KUDO SHIGERU**

(54) SILICON CARBIDE HEAT GENERATING BODY COMPOSED OF THREE PHASE STRUCTURE



(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a silicon carbide heat generating body composed of three phase structure which is made of reactive sinter silicon carbide of a relative density of 90% or more and can be used at a high temperature region of 1,400 to 1,600°C.

SOLUTION: The silicon carbide heat generating body having a heat generating part made of a cylindrical reactive sinter silicon carbide of a relative density of 90% or more. The heat generating body consists of three grooves arranged at an interval of 120° cut in spiral shape around it, the three grooves at their edges cut in straight and an electrode portion having an insulation fire-resistant material inserted to the inner side of the cylinder and fixed to the metal electrode plate from the outside.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to a three phase type silicon carbide heating element and the three phase type silicon carbide heating element which heat-resistant temperature is high and contributes to space-saving and power saving in more detail.

[0002]

[Description of the Prior Art] As a conventional three phase type silicon carbide heating element, the thing of W shape structure which has the three parallel exothermic parts 12 and the end 13 connected with it is widely used from the tip part 16 as shown in drawing 4. The construction material of an exothermic part is recrystallization silicon carbide.

Porosity has about about 20 to 25%.

Since this heating element can exclude the device changed into a single phase power supply as compared with the usual single phase heater since it becomes directly usable in a three phase power supply, it is low cost in respect of an electric power unit.

Since it becomes easy to maintain the balance of each phase, it is connected with power saving.

Since it becomes a piece terminal type, the setting method of hanging from the ceiling and side attachment wall of a heating furnace becomes easy, and it has wiring capacity and the feature which there are and ends. [few] On the other hand, the peak exothermic temperature of this heater is about 1400 ** in exothermic part skin temperature.

A heater life becomes short in order that oxidation of silicon carbide may carry out a resistance increment rapidly violently, if it is used raising more than it.

On the other hand, in order to raise heat resistance, porosity forms the exothermic part of the silicon carbide heating element of a high temperature form usable to 1600 ** in exothermic part skin temperature with about 10% or less of reaction-sintering silicon carbide. Since specific resistance is as low as 0.02-ohmcm as compared with the above-mentioned nature silicon carbide heating element of recrystallization, this heating element becomes usable with established power supply equipment by usually carrying out spiral processing of the exothermic part, and raising total resistance.

[0003]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] About use in the high temperature region of the above-mentioned three phase type heating element, the thing of the structure shown in drawing 4 is proposed. According to reaction-sintering silicon carbide construction material, since specific resistance is small, this heater is carrying out spiral processing at each exothermic part, and it becomes usable to a 1400-1600 ** high temperature furnace in a three phase power supply. However, in order that stress might occur by the thermal expansion produced in the direction from which each exothermic part differed at the time of generation of heat since it is the structure which connected three heating elements and the stress might concentrate on a weak spiral portion on structure, there was a fault of being easy to break in the portion. The process with which the resistance of three connected heating elements each is

doubled as a manufacturing problem is required, the problem that resistance balance collapsed occurred by the resistance change by connection stress relief heat treatment, and the product yield was worsened. The purpose of this invention is what resulted in improvement in order to conquer the above-mentioned fault, and relative density consists of not less than 90% of reaction-sintering silicon carbide, and there is in providing the three phase type heating element used suitably in a 1400-1600 ** high temperature region.

[0004]

[Means for Solving the Problem] Namely, a three phase type silicon carbide heating element concerning this invention, Structure where three slots which an exothermic part has arranged at a 120-degree interval by relative density consisting of not less than 90% of cylindrical reaction-sintering silicon carbide are deeply cut by spiral shape, Insulating refractories are inserted in the structure [where three slots which an end has arranged at a 120 degree interval are cut deeply straight], and polar-zone inside diameter side, and it is characterized [constitutional] by structure fixed with metal electrode plates from the outside side, and a thing, ** and others.

[0005]

[Embodiment of the Invention] A drawing explains this invention. Drawing 1 is a top view of the three phase type silicon carbide heating element concerning this invention. That is, the exothermic part 22 processes spiral shape and makes three slots arranged at intervals of 120 degrees form in a cylindrical silicon carbide heating element. Since the pitch 24 of a spiral is dependent on resistance, specific resistance, a diameter, and thickness need to design beforehand. An end carries out straight processing of the three slots arranged at intervals of 120 degrees, carries out thermal spraying of the metal, such as aluminum, to three, respectively, and makes the electrode 25 form in the end part. As for a flute width, it is preferred that it is the range of 1-5 mm, by less than 1 mm, at not less than 5 mm, it is easy to produce the short circuit by contact of each phase, the intensity of a heater element falls, and handling becomes difficult. The construction material of the heating element of this invention comprises reaction-sintering silicon carbide. After mixing silicon carbide powder and the end of carbon powder and carrying out extrusion molding cylindrically, the manufacturing method is made to react to carbon, and is made to elaborate by making Si contact at the temperature of 1500-2000 **. According to this method, since it becomes the precise silicon carbide of not less than 90% of relative density, as compared with the quality of recrystallization, heat-resistant temperature is high, and it becomes high intensity. Since this heating element is a complicated structure of having three slots, it becomes the intensity of the construction material itself needs to be high to some extent, and indispensable [that it is not less than 90% of relative density for that purpose]. Although it carries out about spiral groove processing by processing by a Plastic solid, processing by after the calcination process calcinated at the temperature of 1200 ** - 1800 ** before Si contact or processing after the baking process (1500-1800 **) contacted to Si, and one of methods, Consideration of especially intensity and processability will use calcination process post processing

suitably. In order to process one cylinder and to consider it as a three phase type, the heating element by this invention can save the time and effort with which three heating element resistance each is doubled, and the yield by resistance balance also has the manufacturing merit that it is good. Drawing 2 and drawing 3 are the general drawing of a three phase heating element and the sectional views of electrode structure including the electrode concerning this invention. As shown in drawing 2, the end of this heating element is bundled with the insulator 33, and it fixes in the metal bands 34 from the outside. The polar zone 35 fixes the metal electrode plates 31 with a bolt and the nut 32, and joins a lead. The insulating fire refractory material 45 of the quality of alumina or the quality of mullite is inserted in the inside diameter side, the metal electrode plates 43 are stuck to the electrode 25 of a metallizing portion from the outer diameter side of the polar zone 35 of a heating element, and it is made to bind tight and fix with a bolt and the nut 41 about the details of the polar zone 35, as shown in drawing 3. The insulators 42 and 46 of the high insulating construction material of alumina, for example, quality, are inserted between a bolt and the nut 41, and the metal electrode plates 43, and the insulation of each interphase is maintained. It is not this limitation if it is possible about a bolt and the nut 41 to use the thing of quality of insulating heat-resistant ceramics, such as quality of alumina, for example. Thus, according to this invention, by using structure where relative density is formed with not less than 90% of reaction-sintering silicon carbide, and an exothermic part processes three spiral slots at intervals of 120 degrees, and makes them form, without dividing a three phase alternating current power supply, direct continuation is carried out and the three phase type silicon carbide heating element which can generate heat is provided.

[0006]

[Example]Next, this invention is explained in detail using an example.

[0007]

[Example]5 mm and the exothermic part 22 produced 300 mm, the end 23 produced 400 mm, and, as for the diameter 21 which has three spiral slots in 120-degree regular intervals as shown in drawing 1, the pitch length 24 produced a 75-mm three phase type silicon carbide heating element, as for 40 mm and the thickness 26. As a result of measuring density, it was just over or below 93% in relative density.

[0008]

[Comparative Example(s)]As shown in drawing 4, three silicon carbide heating elements were made to connect, and W type heating element which carried out spiral processing was produced to each heating element in one slot. As for 20 mm and the exothermic part thickness 17, 300 mm and the end 13 of 5 mm and the exothermic part 12 were 400 mm, and the center interval 14 of each exothermic part diameter 11 was 50 mm, respectively. Thus, about ten sets of each manufactured heating element, as a result of making it generate heat to 1600 ** with heating element skin temperature by a three phase power supply, breakage in a spiral portion produced the heating element of the comparative example in five sets among ten sets to all the heating elements of the example having generated heat to fitness.

[0009]

[Effect of the Invention]As above, without dividing a three phase alternating current power supply, according to this invention, direct continuation is carried out and the three phase type heating element which can generate heat is provided by using structure where relative density is formed with not less than 90% of reaction-sintering silicon carbide, and an exothermic part processes three spiral slots at intervals of 120 degrees, and makes them form. Therefore, it is very useful as a three phase type heating element contributed to space-saving and power saving usable in a high temperature region (1400 ** – 1600 **).

DESCRIPTION OF DRAWINGS

[Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1]The top view of the three phase type silicon carbide heating element of this invention.

[Drawing 2]The top view of the three phase type silicon carbide heating element which has the polar zone of this invention.

[Drawing 3]The expanded sectional view of the polar zone of the three phase type silicon carbide heating element of this invention.

[Drawing 4]The top view of the three phase type silicon carbide heating element of the former and a comparative example.

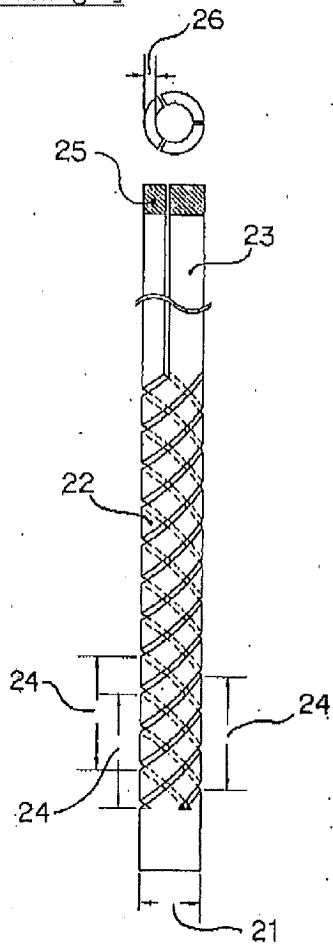
[Description of Notations]

- 11. Exothermic part diameter
- 12. Exothermic part
- 13. End
- 14. Center interval
- 15. Electrode
- 16. Connecting part
- 17. Exothermic part thickness
- 21. Exothermic part diameter
- 22. Exothermic part
- 23. End
- 24. Pitch length
- 25. Electrode
- 26. Exothermic part thickness
- 31. Metal electrode plate
- 32. A bolt and a nut
- 33. The insulator for reinforcement
- 34. Metal band
- 35. Polar zone
- 41. A bolt and a nut
- 42. Insulator
- 43. Metal electrode plate

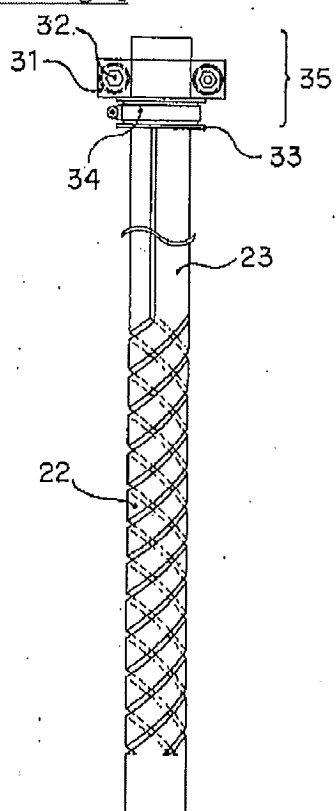
- 44. Metal lead
- 45. Insulating refractories
- 46. Insulator

DRAWINGS

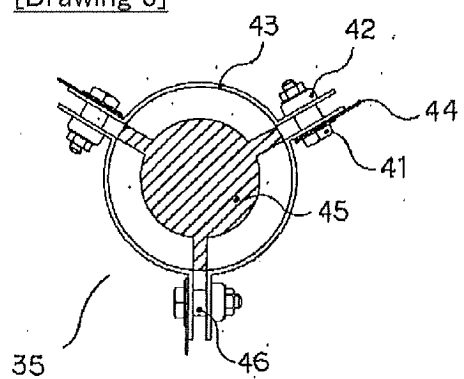
[Drawing 1]



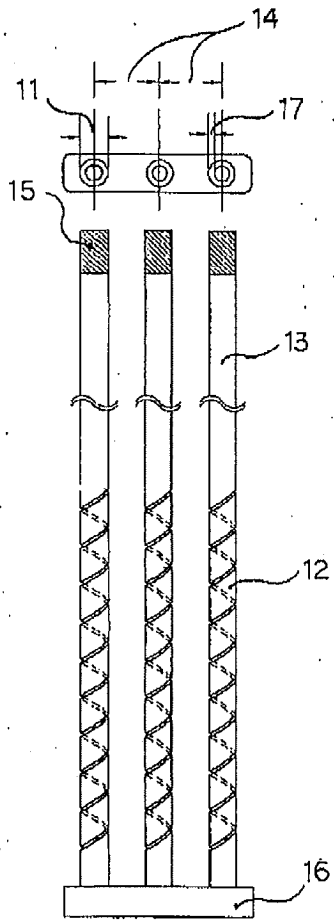
[Drawing 2]



[Drawing 3]



[Drawing 4]



CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] Structure where three slots which an exothermic part has arranged at a 120-degree interval by relative density consisting of not less than 90% of cylindrical reaction-sintering silicon carbide are deeply cut by spiral shape, A three phase type silicon carbide heating element, wherein three slots which an end has arranged at a 120-degree interval are the structures which structure and polar zone which are cut deeply straight inserted insulating refractories in the inside diameter side, and fixed with metal electrode plates from the outside side.

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号
特開2001-257056
(P2001-257056A)

(43)公開日 平成13年9月21日(2001.9.21)

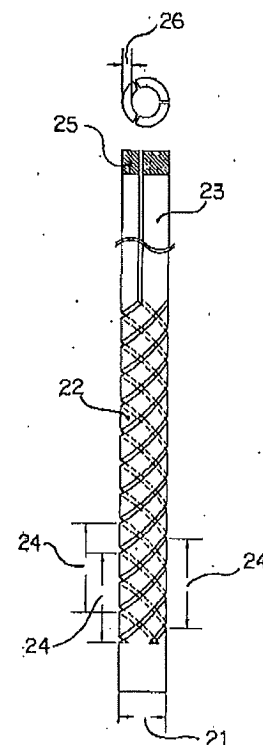
(51)Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	デマゴート*(参考)
H 0 5 B	3/06	H 0 5 B	3/06
C 0 4 B	35/573		3/02
H 0 5 B	3/02		3/14
	3/14		3/42
	3/42	C 0 4 B	35/56
			1 0 1 V
		審査請求 未請求 請求項の数1 書面 (全 4 頁)	
(21)出願番号	特願2000-111358(P2000-111358)	(71)出願人	000219750
(22)出願日	平成12年3月9日(2000.3.9)		東海高熱工業株式会社
			東京都新宿区西新宿6丁目14番1号
		(72)発明者	工藤 茂
			東京都新宿区西新宿6丁目14番1号 東海
			高熱工業株式会社内
		Fターム(参考)	3K092 QA01 QA02 QB09 QB14 QB25
			QB33 QB49 QB74 QC02 QC21
			QC25 QC37 QC44 QC59 RA05
			RA06 RB05 RB22 RB27 RD09
			RD16 RD38 TT39 UC04 VV04
			4G001 BA22 BA60 BB22 BC26 BC47
			BD13 BD21 BE33

(54)【発明の名称】 三相型炭化珪素発熱体

(57)【要約】

【課題】相対密度が90%以上の反応焼結炭化珪素からなり、1400～1600℃の高温領域にて使用可能な三相型炭化珪素発熱体を提供する。

【解決手段】相対密度が90%以上の円筒状の反応焼結炭化珪素からなり、発熱部が120°間隔に配置した3本の溝がスパイラル状に切り込まれている構造、端部が120°間隔に配置した3本の溝がストレートに切り込まれている構造及び電極部が内径側に絶縁性耐火物を挿入し、外形側から金属製電極板にて固定した構造である三相型炭化珪素発熱体。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 相対密度が90%以上の円筒状の反応焼結炭化珪素からなり、発熱部が120°間隔に配置した3本の溝がスパイラル状に切り込まれている構造、端部が120°間隔に配置した3本の溝がストレートに切り込まれている構造及び電極部が内径側に絶縁性耐火物を挿入し、外形側から金属製電極板にて固定した構造であることを特徴とする三相型炭化珪素発熱体。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、三相型炭化珪素発熱体、更に詳しくは、耐熱温度が高く、省スペース・省電力に寄与する三相型炭化珪素発熱体に関する。

【0002】

【従来の技術】従来の三相型炭化珪素発熱体としては、図4に示すような先端部16から平行の3本の発熱部12とそれに連結された端部13を有しているW字型構造のものが広く使用されている。発熱部の材質は、再結晶炭化珪素であり、気孔率が約20～25%程度有する。本発熱体は、三相電源にて直接使用可能となるため、通常の单相ヒータと比較すると、单相電源に変換する装置が省けるため電源装置面で低コストであり、各相のバランスも保ち易くなるため、省電力につながる。また、片端子型となるため、加熱炉の天井や側壁から吊り下げるといったセット方法が容易となり、配線容量も少なく済む特長も有する。一方、本ヒータの最高発熱温度は、発熱部表面温度にて約1400℃であり、それ以上に上げて使用すると炭化珪素の酸化が激しく急激に抵抗増加するため、ヒータ寿命が短くなる。一方、発熱部表面温度が1600℃まで使用可能な高温型の炭化珪素発熱体の発熱部は、耐熱性を上げるために気孔率が約10%以下の反応焼結炭化珪素にて形成している。本発熱体は、上記再結晶質炭化珪素発熱体と比較すると比抵抗が0.02Ωcmと低いため、通常は発熱部をスパイラル加工して全抵抗を上げることにより、既設の電源設備にて使用可能となる。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】上記三相型発熱体の高温領域での使用については、図4に示す構造のものが提案されている。本ヒータは、反応焼結炭化珪素材質により比抵抗が小さいため、各発熱部にスパイラル加工しており、三相電源にて1400～1600℃の高温炉に使用可能となる。しかし、3本の発熱体を連結した構造であるため、発熱時に各発熱部の異なった方向に生じる熱膨張により応力が発生し、構造上弱いスパイラル部分にその応力が集中するために、その部分にて折損し易いといった欠点があった。また、製造上の問題点としては、連結された各3本の発熱体の抵抗値を合わせる工程が必要であり、連結後熱処理による抵抗変化により、抵抗値バランスが崩れるといった問題が発生し、製品歩留りを

悪くさせていた。本発明の目的は、上記欠点を克服するため改良に至ったもので、相対密度が90%以上の反応焼結炭化珪素からなり、1400～1600℃の高温領域にて、好適に使用される三相型発熱体を提供することにある。

【0004】

【課題を解決するための手段】すなわち、本発明に係わる三相型炭化珪素発熱体は、相対密度が90%以上の円筒状の反応焼結炭化珪素からなり、発熱部が120°間隔に配置した3本の溝がスパイラル状に切り込まれている構造、端部が120°間隔に配置した3本の溝がストレートに切り込まれている構造及び電極部内径側に絶縁性耐火物を挿入し、外形側から金属製電極板にて固定した構造、からなることを構成上の特徴とする。

【0005】

【発明の実施の形態】本発明を図面により説明する。図1は本発明に係わる三相型炭化珪素発熱体の平面図である。すなわち、円筒状の炭化珪素発熱体において、発熱部22は120°の間隔にて配置した3本の溝をスパイラル状に加工し形成させる。スパイラルのピッチ幅24は抵抗値に依存するので、比抵抗と直径や厚みによりあらかじめ設計する必要がある。端部は120°の間隔にて配置した3本の溝をストレート加工し、その終端部分にて、それぞれ3本にアルミニウム等の金属を溶射し電極25を形成させる。溝幅は1～5mmの範囲であることが好ましく、1mm未満では各相の接触による短絡が生じ易く、5mm以上では発熱素子の強度が低下し、取り扱いが難しくなる。本発明の発熱体の材質は、反応焼結炭化珪素にて構成される。その製造方法は、炭化珪素粉末と炭素粉末を混合し棒状に押し出し成形した後、1500～2000℃の温度にてSiと接触させることにより炭素と反応させて緻密化させるものである。本方法によれば、相対密度90%以上の緻密な炭化珪素となるため、再結晶質に比較すると耐熱温度が高く、高強度になる。本発熱体は、3本の溝を有する複雑な構造であるため、材質自体の強度がある程度高い必要があり、そのためには相対密度90%以上であることが必要不可欠となる。スパイラル溝加工については、成形体による加工、Si接触前に1200℃～1800℃の温度にて焼成する仮焼工程後による加工、あるいはSiと接触させる焼成工程(1500～1800℃)後の加工、いずれかの方法にて実施されるが、特に強度や加工性を考慮すると仮焼工程後加工が好適に用いられる。また、本発明による発熱体は1本の円筒を加工して三相型とするために、各3本の発熱体抵抗値を合わせる手間が省け、抵抗値バランスによる歩留りが良いといった製造上のメリットもある。図2及び図3は、本発明に係わる電極を含めた三相発熱体の全体図及び電極構造の断面図である。図2に示すように、本発熱体の端部を碍子33にて束ね、その外側から金属製バンド34にて固定する。また、電極部

35は、金属製電極板31をボルト及びナット32にて固定し、リード線を接合する。電極部35の詳細については、図3に示すように、内径側に例えばアルミナ質あるいはムライト質の絶縁性耐火材45を挿入し、発熱体の電極部35の外径側から金属製電極板43を金属溶射部分の電極25に密着させ、ボルト及びナット41にて締め付け固定させる。ボルト及びナット41と金属製電極板43との間に高絶縁性材質、例えばアルミナ質の碍子42・46を挿入し、各相間の絶縁性を保たせる。ボルト及びナット41について、例えばアルミナ質等の絶縁性耐熱性セラミック質のものを用いることが可能ならば、この限りではない。このように本発明によれば、相対密度が90%以上の反応焼結炭化珪素にて形成され、発熱部が3本のスパイラル溝を120°の間隔にて加工し、形成させる構造にすることで、三相交流電源を分ける事無く直接接続させて発熱可能な三相型炭化珪素発熱体を提供される。

【0006】

【実施例】次に本発明を実施例を用いて詳細に説明する。

【0007】

【実施例】図1に示すように120°の等間隔に3本のスパイラル溝を有する、直径21は40mm、肉厚26は5mm、発熱部22は300mm、端部23は400mm、ピッチ長24は75mmの三相型炭化珪素発熱体を作製した。密度を測定した結果、相対密度で93%前後であった。

【0008】

【比較例】図4に示すように、3本の炭化珪素発熱体を連結させ、各発熱体の一つの溝にてスパイラル加工したW字形発熱体を作製した。各発熱部直径11は20mm、発熱部厚み17は5mm、発熱部12は300mm、端部13は400mmであり、その中心間隔14はそれぞれ50mmであった。このようにして製造した発熱体それぞれ10セットについて、三相電源により発熱体表面温度にて1600℃まで発熱させた結果、実施例の発熱体は全て良好に発熱したのに対し、比較例の発熱体は、10セット中5セットにスパイラル部分での折損が生じた。

【0009】

【発明の効果】以上のとおり、本発明によれば相対密度

が90%以上の反応焼結炭化珪素にて形成され、発熱部が3本のスパイラル溝を120°の間隔にて加工し形成させる構造にすることで、三相交流電源を分ける事無く直接接続させて発熱可能な三相型発熱体を提供される。したがって、1400℃～1600℃の高温領域にて使用可能な省スペース・省電力に寄与する三相型発熱体として極めて有用である。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の三相型炭化珪素発熱体の平面図。

【図2】本発明の電極部を有する三相型炭化珪素発熱体の平面図。

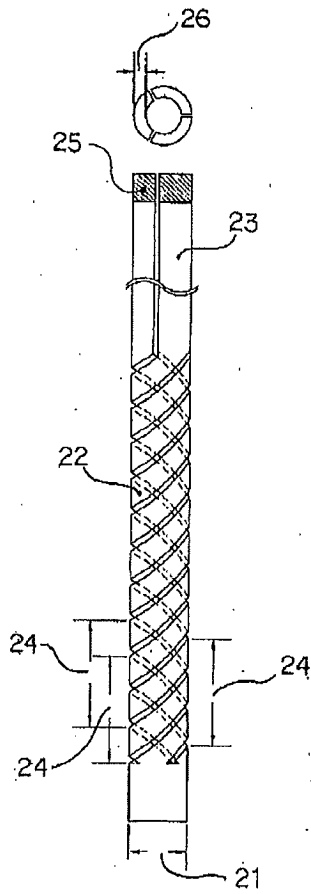
【図3】本発明の三相型炭化珪素発熱体の電極部の拡大断面図。

【図4】従来及び比較例の三相型炭化珪素発熱体の平面図。

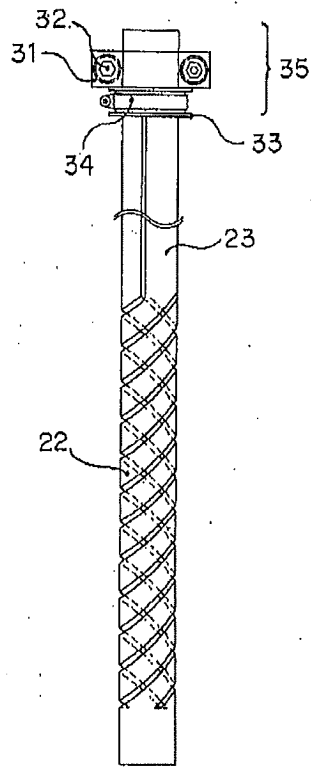
【符号の説明】

- 11. 発熱部直径
- 12. 発熱部
- 13. 端部
- 14. 中心間隔
- 15. 電極
- 16. 連結部
- 17. 発熱部厚み
- 21. 発熱部直径
- 22. 発熱部
- 23. 端部
- 24. ピッチ長
- 25. 電極
- 26. 発熱部厚み
- 31. 金属製電極板
- 32. ボルト及びナット
- 33. 補強用碍子
- 34. 金属製バンド
- 35. 電極部
- 41. ボルト及びナット
- 42. 碍子
- 43. 金属製電極板
- 44. 金属製リード線
- 45. 絶縁性耐火物
- 46. 碍子

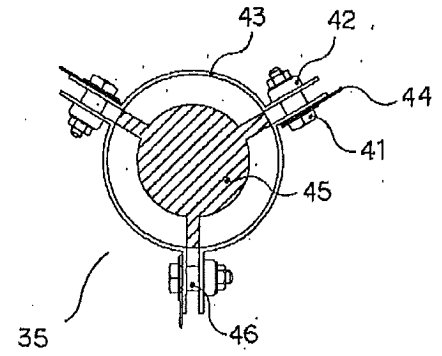
【図1】



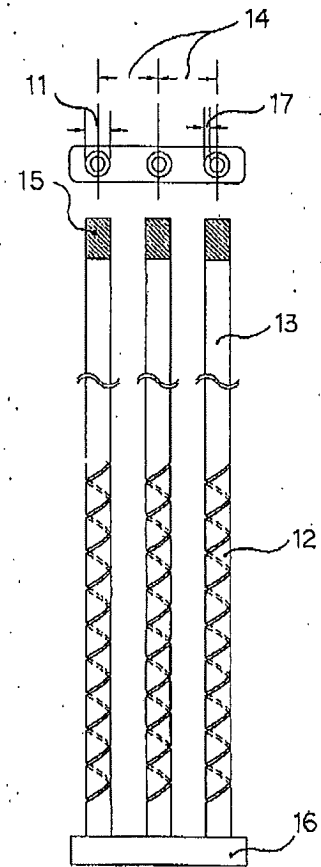
【図2】



【図3】



【図4】



PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : **2002-203662**

(43)Date of publication of application : **19.07.2002**

(51)Int.Cl.

H05B 3/06

H01L 21/027

H05B 3/14

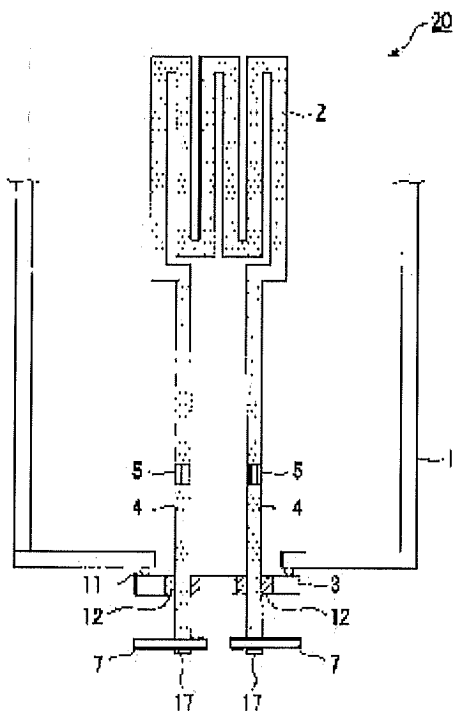
(21)Application number : **2001-040257** (71)Applicant : **SUMITOMO OSAKA CEMENT CO LTD**

(22)Date of filing : **16.02.2001** (72)Inventor : **NAKAO MAKOTO
WATANABE TSUYOSHI
SHIBUKAWA KAZUNORI
INOUE KATSURO
MURAKAMI YOSHIHIKO**

(30)Priority

Priority number : **2000333799** Priority date : **31.10.2000** Priority country : **JP**

(54) HEATER ELEMENT, HEATING DEVICE, AND BASE BOARD HEATING DEVICE



(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a heater element with small heat capacity, strong airtight structure against temperature change, and excellent maintenance property, which is easy to manufacture, and to provide a heating device, especially base board heating device using the above.

SOLUTION: The heater element comprises a heating element made of a conductive ceramics sintered compact which generates heat by conducting electricity, a sintered compact plate made of ceramics, used for airtightly covering an opening of a chamber, and for mounting the heating element inside the chamber, and power supply electrode rods made of conductive ceramics sintered compact of which, one end is jointed to the heating element and the other end extends outside the chamber through the sintered compact plate. The power supply electrode rods

are airtightly fixed to the sintered compact plate by sealing material made of glass or glass ceramics. The heater element is especially useful for an exhaust gas treating equipment or a base board heating equipment.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the ceramic heating element used at an elevated temperature.

It is related with the heating apparatus which uses the heater element and it which were provided with the element of the ceramic heating element used, for example for substrate heating, such as a semiconductor wafer, a printed circuit board, and a glass substrate, and flue gas treatment, such as chlorofluocarbon, in more detail.

[0002]

[Description of the Prior Art] As a military requirement of the heating element (heater) used for an electric furnace or gas heating, In the vacuum atmosphere middle class, high stability is shown among carrying out temperature up promptly, high-temperature-oxidation nature atmosphere, or an inert atmosphere to an elevated temperature, The endurance to the continuous use in an elevated temperature or repeated rising and falling temperature being excellent and handling are easy, and there are various military requirements, such as excelling in maintenance nature. What makes nonmetallic ceramics a subject as a heating element which can be especially used in high-temperature-oxidation nature atmosphere or an elevated-temperature inert atmosphere is used. Since the heating element which makes ceramics a subject is excellent in high temperature corrosion resistance, for example even if it uses it for the heating apparatus of the pyrolysis process in the dry etching gas atmosphere of a semiconductor manufacturing process, and exhaust gas down stream processing, it is a heating element which can be equal to prolonged use.

[0003] For example, in manufacture of a semiconductor wafer, many processes of needing heat treatment of a CVD film formation process, an epitaxial film formation process, an oxide film formation process, etc. exist, and, for the reason, various kinds of substrate heating devices are used. And these substrate heating devices comprise a member which constitutes this substrate heating device, for example, an electrode member, so that the goods used as the pollution source of substrates, such as a semiconductor wafer, may volatilize and substrates, such as a semiconductor wafer, may not be polluted. As such a substrate heating device, the substrate heating device 100 which consists of the heater part 101, the electrode 104, and the chamber 106 is known so that it may be shown in the former, for example, drawing 5. In the heater part 101 of the substrate heating device 100 shown in drawing 5, the resistance heating element 105 which becomes an inside of the convex supporter 103 made from ceramics from metal, such as tungsten and molybdenum, is laid underground, and the substrate-heating side 101a is established in the convex upper surface. This convex

supporter 103 is installed in the chamber 106, and is joined via the airtight seal part 108 between the flange 103a provided in the pars basilaris ossis occipitalis of the convex supporter 103, and said chamber 106. The electrode 104 for electric power supplies is connected to said resistance heating element 105.

This electrode 104 is formed out of said chamber 106 so that it may not expose to the building envelope of said chamber 106.

[0004]However, if it was in the aforementioned substrate heating device, there were the following problems.

** Said heater part 101 fabricates ceramics powder so that it may become the shape of a heater part, Since the metal resistance heating elements 105 are beforehand embedded into this Plastic solid, this is sintered with a hot eye SOSUTATIKU press (HIP) and it is manufactured, during the repeated use of a substrate heating device, The crack resulting from the difference of the coefficient of thermal expansion of said ceramics and said metal resistance heating elements 105 enters easily, and endurance is insufficient.

[0005]** said heater part 101 and said convex supporter 103 really sinter an integral-moulding object with a hot eye SOSUTATIKU press, and are manufactured -- a sake -- manufacture -- being complicated .

** Calorific capacity is large, and rapid temperature up and a temperature fall cannot be performed, therefore heat treatment of substrates, such as a semiconductor wafer, takes a long time, and productivity falls.

** It will evaporate, if a meal exothermic body becomes an elevated temperature when carrying out temperature up, and since this evaporation component flows in the chamber 106 from the above-mentioned crack and pollutes a substrate, a highly efficient device is not obtained.

[0006]When heating the inside of heating apparatus, such as an electric furnace, as shown in drawing 6, the method of a complicated structure of making the adiabatic wall 202 of the furnace wall 201 penetrating, and attaching the ceramics heater 205 is adopted (refer to JP,2000-208236,A). That is, the furnace wall 201 consists of the adiabatic wall 202 and the furnace shell 203, and the gap 204 is formed between the adiabatic wall 202 and the furnace shell 203. 205 is the cylindrical ceramics heater formed so that this adiabatic wall 202 might be penetrated, and is supported via the unfixed type heat-resistant insulation material 206. The ceramic fiber 209 was twisted around the end of the furnace exterior of this ceramics heater 205, it pinched at it with the heat-resistant insulation material 208, and the cover plate is attached firmly to it with the bolt 211. By really forming the areole 214 in the outside of the furnace shell 203 so that the end of the furnace exterior of the ceramics heater 205 may be covered, supporting the busbar 218 in these areole 214, and binding the bolt 219 tight to this busbar 218, The end of the flexible electric conduction cable 220 is connected to the ceramics heater 205 with the clamping cap 212.

[0007]There is the cylindrical power supply terminal 221 which had the end fixed by the busbar 218 in the areole 214. The power supply terminal 221 penetrates the

septum of the areole 214, and a tip part is drawn outside and sealed by the septum penetrated part by the insulating sealant 225 which consists of the alumina fiber 223 and the heat-resistant insulation material 224. Electric power is supplied to the ceramics heater 205 via the power supply terminal 221, the busbar 218, the electric conduction cable 220, and the clamping cap 212. They are the piping connection ports provided in order that 230 might supply inactive gas into the areole 214, Suppressing the rise in heat by electrical resistance generation of heat of electric conduction cable 220 grade, the inactive gas supplied from here goes into the gap 204 of a furnace wall, as shown in an arrow, and it carries out the remaining heat of the furnace atmosphere while it suppresses the rise in heat of the furnace shell 203.

[0008]By constituting as mentioned above, the ceramics heater 205 is supported by the furnace wall 201 comparatively loosely by the unfixed type heat-resistant insulation material 206 or the ceramic fiber 209 grade, Since it is connected to the flexible electric conduction cable 220, it does not damage, even if it becomes an elevated temperature and expands thermally by generation of heat. Even if the ceramics heater 205 is supported by the furnace wall 201 comparatively loosely, by forming the areole 214, the airtightness in a furnace is maintained and cooling of the electric conduction cable 220 or busbar 218 grade is also enabled. However, in such a method, structure is quite complicated, and when a ceramic heating element is put to a hot corrosive atmosphere and it is damaged, exchanging is not easy.

[0009]

[Problem(s) to be Solved by the Invention]This invention is made in view of the problem which the above-mentioned conventional art has, and is a thing. the technical technical problem with the concrete purpose is equal to use in a high temperature field, and excellent in endurance in all use atmosphere -- manufacture -- it is easy and, moreover, a maintenance is providing an easy heater element and heating apparatus.

Not to mention it being small, and rapid temperature up and the temperature fall of calorific capacity being attained, and it not needing a long time for heat treatment of substrates, such as a semiconductor wafer, but raising the productivity of heat treatment of a substrate, if there are substrate heating devices, It aims at providing the substrate heating device which the goods used as the pollution source of substrates, such as a semiconductor wafer, volatilize, and does not pollute substrates, such as a semiconductor wafer, from the member which constitutes a substrate heating device, for example, a heating element and an electrode member.

[0010]

[Means for Solving the Problem]this invention person constitutes a heater element which fixed a ceramic heating element and a sintering plate object made from ceramics using small sealing material of thermal expansion difference, as a result of inquiring wholeheartedly for the above-mentioned business solution, A method of attaching the heater element to a heating apparatus outer wall airtightly via an O-ring (O ring) was adopted. If such a method is adopted, immobilization with a ceramic heating element and a sintering plate object made from ceramics can be separated

from a maintenance of the system of the spot, and can be performed, A maintenance of the system becomes possible [work becoming very easy and exchanging heater elements cheaply for a short time, since it is only attaching airtightly via an O-ring (O ring) and is good].

[0011]Namely, a heater element of this invention concerning claim 1, A heating element element which consists of a conductive ceramic sintered body which generates heat by energization at least, A sintered compact board made from ceramics for covering an opening of a chamber airtightly and attaching said heating element element in a chamber, While having a pole bolt for electric supply which consists of a conductive ceramic sintered body which one end was connected with said heating element element, and the other end penetrated said sintered compact board, and was drawn out of said chamber, Said sintered compact board and said pole bolt for electric supply were used as a heater element which it comes airtightly to seal by sealing material which consists of glass or crystallized glass.

[0012]By sealing a pole bolt which consists of a conductive ceramic sintered body on a sintering plate object made from ceramics using sealing material made from glass or crystallized glass according to the heater element of this invention constituted as mentioned above, Since it is not what was formed with a complex of dissimilar material, a crack resulting from a difference of a coefficient of thermal expansion, etc. do not occur, moreover, calorific capacity is small and rapid temperature up and a temperature fall are attained. It becomes unnecessary to take a problem of metallic contamination into consideration by producing a pole bolt by a conductive ceramic sintered body, and moreover taking out an end of a pole bolt out of a chamber. Since a mounting arrangement to heating apparatus is only airtightly attached to a heating apparatus outer wall via an O-ring, it becomes it is very easy and possible to work for a short time.

[0013]As for each coefficient of thermal expansion of a sintering plate object of said pole bolt for electric supply, said sealing material and said sealing material, and a product made from said ceramics, in a heater element of this invention, it is preferred to have a fixed relation. That is, it is preferred that a difference of a coefficient of thermal expansion of a sintering plate object of a product [difference / of a coefficient of thermal expansion of said pole bolt for electric supply and said sealing material] made from said ceramics uses below $2 \times 10^{-6} / **$ and said sealing material below in $2 \times 10^{-6} / **$.

[0014]By filling a relation of the above [each coefficient of thermal expansion of said pole bolt for electric supply, said sintered compact board, and **** and said sealing material], heat stress at the time of giving a temperature change becomes small, generating of a crack, exfoliation, etc. is lost, and sufficient airtightness is secured. Sufficient bonding strength can be attained easily and it can be considered as a device which was rich in endurance. When it separated from these ranges, and stress by a difference of thermal expansion becomes large, it becomes easy to produce a crack and exfoliation and especially a thermal cycling test is done, a possibility that leak may occur is for a short time.

[0015]As for said pole bolt for electric supply, in a heater element of this invention, it is preferred to form with a specific electrically-conductive-ceramics sintered compact. That is, it is preferred to form at least one sort chosen from a group which consists of silicon carbide, molybdenum disilicide, zirconia, and lanthanum chromite as construction material of said pole bolt for electric supply using what is used as the main ingredients. The "main ingredients" means containing these ceramics 80% of the weight or more preferably 50% of the weight or more here. It is because it is desirable in points, such as high heat conductivity, heat resistance, and a degree of sintering, and what has a coefficient of thermal expansion within the limits of the above can be further chosen easily in relation between a sintered compact board to join or sealing material, if construction material of said pole bolt for electric supply is made into the above products made from electrically conductive ceramics.

[0016]As for said sintered compact board, in a heater element of this invention, forming with specific ceramics is preferred. That is, it is preferred to use as the main ingredients at least one sort chosen from a group which consists of silicon nitride, alumimium nitride, mullite, alumina, a KOJUE light, sialon, magnesia, zircon, forsterite, and a steer light as construction material of said sintered compact board, and to form it. The "main ingredients" means containing these ceramics 80% of the weight or more preferably 50% of the weight or more here. It is because it is desirable in points, such as heat resistance and a degree of sintering, and what has a coefficient of thermal expansion within the limits of the above can be further chosen easily in relation between a sintered compact board to join or sealing material, if construction material of said sintered compact board is made into the above ceramics.

[0017]As for sealing material which consists of aforementioned glass or crystallized glass (glass ceramics), in a heater element of this invention, being formed with specific ceramics is preferred. Namely, sealing material which consists of aforementioned glass or crystallized glass, Alumino silica glass, barium boro-silicated glass, boro-silicated glass, soda barium silica glass, It is preferred to form by at least one sort chosen from a group which consists of lead boro-silicated glass, zinc oxide-boron oxide **SHIRIKA crystallized glass, zinc borosilicate glass, natron English glass, and yttrium oxide oxidation aluminum silica glass. It is because softening temperature is high and what has a coefficient of thermal expansion within the limits of the above can be further chosen easily in relation between a sintered compact board to join or sealing material, if the aforementioned sealing material is used as above glass or crystallized glass.

[0018]

[Embodiment of the Invention]Below, with reference to an attached drawing, the suitable embodiment of this invention is described in detail. This embodiment is for explaining the gist of this invention, and in particular, as long as there is no limitation, it does not limit this invention.

[0019]One embodiment of the heater element concerning this invention is shown in drawing 1. In drawing 1, the heater element 20 The chamber 1 of the product made from metallic aluminum for example, The heating element element 2 which consists of an electrically-conductive-ceramics sintered compact allocated in this chamber 1,

The opening of said chamber 1 was airtightly connected with said heating element element 2 in the wrap sintered compact board 3 and one end, and the other end is provided with the pole bolt 4 for electric supply which consists of an electrically-conductive-ceramics sintered compact which penetrated said sintered compact board 3 and was drawn besides said chamber 1.

[0020]The heating element element 2 made from said electrically-conductive-ceramics sintered compact and the pole bolt 4 for electric supply which consists of said electrically-conductive-ceramics sintered compact are connected via the joining layer 5, or is mechanically connected using the nut made from ceramics, the washer, etc. As construction material of this heating element element 2, although silicon carbide, molybdenum disilicide, zirconia, lanthanum chromite, etc. can be illustrated, for example, When silicon carbide is used suitably especially, i.e., both the heating element element 2 and the pole bolt 4 for electric supply are formed with silicon carbide, If it joins using the bonding agent containing Si as indicated by Japanese Patent Application No. 11-154336, a heater element can be conveniently used in all the atmosphere in an oxidizing atmosphere, an inert atmosphere, and reducing atmosphere. As silicon carbide, for example, it does not become a cause of metallic contamination by a high grade, a conductive silicon carbide material which was indicated in the patent No. 2726694 gazette and whose emissivity the thermal conductivity under ordinary temperature is 120 or more W/m-K, and is 0.75 or more is used suitably.

[0021]Said pole bolt 4 for electric supply is airtightly sealed with the sintered compact board 3 via the sealing material 12 which consists of glass or crystallized glass. In order to obtain sufficient airtightness and bonding strength, it is preferred that the difference of the coefficient of thermal expansion of said sintered compact board 3 and the above-mentioned sealing material 12 is a range below $2 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$, and the difference of the coefficient of thermal expansion of said pole bolt 4 for electric supply and the above-mentioned sealing material 12 is a range below $2 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$. It is good that the difference of the coefficient of thermal expansion of the pole bolt 4 for electric supply and the sintered compact board 3 is a range below $1 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ more preferably, and the difference of a coefficient of thermal expansion with the sealing material 12 made from the pole bolt 4 for electric supply, the above-mentioned glass, or crystallized glass is a range below $0.5 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$. When it separated from these ranges, and it becomes easy to produce a crack and exfoliation and especially a thermal excursion is repeated, a possibility that leak may occur is for a short time.

[0022]As construction material of said pole bolt 4 for electric supply, silicon carbide (coefficient of thermal expansion: $4.0 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$), Molybdenum disilicide (coefficient of thermal expansion: $7.5 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$), zirconia (coefficient of thermal expansion: $9.2 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$), It is preferred in points, such as high heat conductivity, heat resistance, and a degree of sintering, that it is what uses as the main ingredients at least one sort chosen from the group which consists of lanthanum chromites (coefficient of thermal expansion: $9.7 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$).

[0023]As construction material of said sintered compact board 3, silicon nitride

(coefficient of thermal expansion: $3.0 - 3.7 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$), Aluminium nitride (coefficient of thermal expansion: $3.9 - 4.4 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$), Mullite (coefficient of thermal expansion: $3.7 - 5.0 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$), alumina (coefficient of thermal expansion: $7.5 - 8.1 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$), AlN (coefficient of thermal expansion: $2.8 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$), sialon (coefficient of thermal expansion: $3.0 - 3.4 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$), Magnesia (coefficient of thermal expansion: $11 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$), zircon (coefficient of thermal expansion: $2.5 - 4.8 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$). It is preferred in points, such as heat resistance and a degree of sintering, that it is what uses as the main ingredients at least one sort chosen from the group which consists of forsterite (coefficient of thermal expansion: $10.5 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$) and a sialon (coefficient of thermal expansion: $7.8 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$).

[0024] As construction material of the glass which forms the sealing material 12, or crystallized glass, As for softening temperature, since temperature rises at the time of energization of the heating element element 2 not to mention the ability to seal airtightly said pole bolt 4 for electric supply, and said sintered compact board 3, it is required to have heat resistance and it is preferably preferred that it is not less than 600°C not less than 400°C . As such glass or crystallized glass for sealing material 12, For example, alumino silica glass (coefficient of thermal expansion: $4 - 7 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$), Barium boro-silicated glass (coefficient of thermal expansion: $5 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$), boro-silicated glass (coefficient of thermal expansion: $3 - 5 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$), Soda barium silica glass (coefficient of thermal expansion: $5 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$), Lead boro-silicated glass (coefficient of thermal expansion: $5 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$), zinc oxide-boron oxide-silica glass ceramics (coefficient of thermal expansion: $3 - 7 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$), Zinc borosilicate glass (coefficient of thermal expansion: $7 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$), natron English glass (coefficient of thermal expansion: $9 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$), yttrium oxide oxidation aluminum silica glass (coefficient of thermal expansion: $4 - 6 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$), etc. can be illustrated. Since it excels in intensity, a zinc oxide (ZnO) 20 to 70 % of the weight especially, The zinc oxide-boron oxide-silica system crystallized glass (coefficient of thermal expansion: $3.5 - 6.5 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$) which contains boron oxide (B_2O_3) 20 to 35% of the weight can be illustrated suitably.

[0025] And from the inside of the pole bolt 4 for electric supply formed with the above construction material, the sintered compact board 3 formed with the above construction material, and the sealing material 12 formed with the above construction material, The difference of the coefficient of thermal expansion of said pole bolt 4 for electric supply and the sintered compact board 3 Below $2 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$. It is preferred to choose so that it may be more preferably considered as the range below $1 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ and the difference of the coefficient of thermal expansion of said sintered compact board 3 and the pole bolt 4 for electric supply, and the above-mentioned sealing material 12 may become [below $2 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$] more preferably below in $0.5 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$.

[0026] It is preferred for above-mentioned sealing to carry out in the atmosphere containing oxygen or an inert gas atmosphere, and the inside of oxygen, nitrogen, argon, or these mixed atmospheres can use it more conveniently further. When it carries out in a vacuum or reducing atmosphere, fault — glass or crystallized glass is returned — arises, and there is a possibility that sufficient airtightness cannot be

acquired. In relation to softening temperature, sealing treatment temperature has [the temperature in the case of sealing using glass or crystallized glass] the preferred range of 400–1200 **. When sealing treatment temperature is 400 ** or less, the mobility of glass is insufficient, and on the other hand, if sealing treatment temperature will be not less than 1200 **, it will be easy to produce foaming, and it becomes difficult to acquire airtightness. The range of the sealing treatment temperature of glass or crystallized glass is 500–1100 ** more preferably.

[0027]When sealing, sufficient airtightness can be acquired even if it does not perform pretreatment special to said pole bolt 4 for electric supply, and the sintered compact board 3. However, when said pole bolt 4 for electric supply is formed from non-oxides, such as silicon carbide and molybdenum disilicide, the intensity of that from which it is smeared, a sex is bad and airtightness is acquired with glass or crystallized glass may become insufficient. Therefore, when said pole bolt 4 for electric supply is formed with the non-oxide, If heat-treat at 600–1300 ** among an oxidizing atmosphere, an oxide layer is made to form in the surface of the pole bolt 4 for electric supply and it seals after that, Since wettability with glass or crystallized glass is improved, and an oxide layer, glass, or crystallized glass reacts and joins together chemically and firm junction is acquired, it is desirable. Firm junction can be acquired by heat-treating in an oxidizing atmosphere, making an oxide layer form in the surface of the sintered compact board 3 like the above, also when the sintered compact board 3 is formed from the non-oxide, and sealing after that.

[0028]The exterior of the chamber 1 is made to draw the end of the aforementioned pole bolt 4 for electric supply. It is electrically connected with the metal electrode portion 7 for electric supply which has the coefficient of thermal expansion approximated to the coefficient of thermal expansion of this pole bolt 4 for electric supply, and the drawn pole bolt 4 for electric supply fluctuates power supply, and has come to be able to perform temperature control of the heater element 20. At the time of heating, when generation of heat of the heating element element 2 conducts to the pole bolt 4 for electric supply and pole bolt 4 self for electric supply generates heat, the end of the pole bolt 4 for electric supply serves as an elevated temperature. Therefore, the metal electrode for electric supply also serves as an elevated temperature. It becomes unnecessary however, to take into consideration the problem of the metallic contamination resulting from the metal evaporation from the metal electrode portion 7 in the substrate heating device concerning this embodiment by deriving the end of the pole bolt 4 for electric supply out of the chamber 1. The metal electrode portion 7 for electric supply drawn out of the chamber 1 can be compulsorily cooled by water cooling, air cooling, or other means, therefore the pole bolt 4 for electric supply and the metal electrode 7 for electric supply can be connected easily, and, moreover, the endurance of this joined part can be made to improve by leaps and bounds.

[0029]Next, the heating apparatus which uses the above-mentioned heater element 20 is explained. Restriction in particular does not have the heating apparatus using the above-mentioned heater element 20, and it can be applied to all the heating apparatus

which have a heat chamber. For example, a gas heating apparatus and a substrate heating device are mentioned. Especially the heater element of this invention is effective in the heating apparatus which uses corrosive environment at an elevated temperature. If a gas heating apparatus is taken for an example, a hole is made in the tubular chamber for heating into which gas flows through an inside, the heater element part of the heater element of this invention is inserted into the chamber for heating, using an O ring, bolting of the sintering plate object of a heater element will be airtightly carried out to a chamber outer wall, and it will be attached to it. What is necessary is just to exchange this whole heater element, if the heater element has deteriorated by hot and corrosive gas. Since exchange of a heater element is only bolting, it can exchange very easily [a short time].

[0030]A substrate heating device is taken up and explained as other examples of heating apparatus. The substrate heating device has the structure where the substrate support plate for laying a semiconductor substrate etc. in a heating chamber is arranged, a heater is arranged on the back side of this substrate support plate, and a substrate is heated. Therefore, as for the heating element element used with a substrate heating device, it is preferred to use the planate heating element element by which parallel arrangement was carried out to the substrate support plate. If a planate heating element element is used, a substrate support plate can be heated uniformly and it will become possible to keep the superficial temperature distribution of a substrate uniform. In a substrate heating device, the structure of a heater element may be the same as the case of a previous gas heating apparatus except using a planate heating element element. The means of attachment of the heater element to a substrate heating device may be the same as that of the case of a previous gas heating apparatus. What is necessary is just to exchange this whole heater element, if the heater element has deteriorated by hot and corrosive gas. Since exchange of a heater element is only bolting, it can exchange very easily [a short time].

[0031]

[Example]Hereafter, the example and comparative example of this invention are hung up and this invention is explained concretely.

(Example 1) The heater element of the structure shown in drawing 1 was produced. As for the construction material of the heating element element 2 and the pole bolt 4 for electric supply, the thermal conductivity under ordinary temperature is 175 W/m-K, and emissivity used the conductive silicon carbide sintered compact of 0.9. The heating element element 2 is formed in flex shape of an electron discharge method like drawing 1 in a band-like heating element with a thickness of 3 mm and a width of 6 mm. The height of the whole heating element element is 200 mm, width is 46 mm, and the length of the crooked part was 100 mm. Shape of the pole bolt 4 for electric supply was made into rod form 6 mm in diameter, and 100 mm in length. As construction material of the sintered compact board 3, alumimium nitride (made by Sumitomo Osaka Cement) was used. The diameter of the sintered compact board 3 was 100 mm and 6 mm in thickness, and set the diameter of the through hole of the pole bolt 4 for electric supply to 8 mm. The pole bolts 4 and 4 for electric supply have

been arranged in an 18-mm position from the center. Construction material of the metal electrode portion 7 was made into covar.

[0032]The zygote of the heating element element 2 and the pole bolt 4 for electric supply was obtained as follows. Weighing of the silicon powder 0.7g and the molybdenum powders 0.3g was carried out, and after adding alpha-terpineol which dissolved the acrylic resin and mixing, the heating element element 2 was used with ** in the plane of composition of the pole bolt 4 for electric supply. Subsequently, the heating element element 2 and the pole bolt 4 for electric supply were assembled in predetermined shape, indirect desulfurization fat was performed at 350 ** for 20 minutes, and it joined by heat-treating for 30 minutes at 1500 ** under atmospheric pressure. On the other hand, the crystallized glass for sealing material 12 was produced as follows. 60 g of zinc oxides (ZnO), 25 g of boron oxide (B₂O₃), and 15 g of silica (SiO₂) were used with the automatic mortar, the platinum crucible was used after mixing and with a 1680 ** electric furnace, and it fused. It dropped and quenched underwater after melting and glass was obtained. The obtained glass was_{ground} in ethanol in the planetary mill, and it was ground until it became 300 or less meshes. After grinding, it dried and the sealing material (powder, 650 ** of softening temperatures) of the presentation A was obtained.

[0033]The pole bolt 4 for electric supply joined to the heating element element 2 and the sintered compact board 3 were sealed as follows. The pole bolt 4 for electric supply joined to the heating element element 2 and the sintered compact board 3 were allocated in the position using the carbon jig, respectively. Said sealing material was put into the crevice between the pole bolt 4 for electric supply, and the sintered compact board 3 after allocation, and temperature up was carried out to 900 ** by 10 ** in speed / min in a nitrogen atmosphere, and after holding for 30 minutes at 900 **, it cooled to the room temperature in 10 ** in speed / min. On the other hand, the bolt 17 made from covar was used for the end of the pole bolt 4 for electric supply, and the metal polar zone 7 was connected with it.

[0034]About the heater element manufactured as mentioned above, the airtightness of a sealing part and the bonding strength of the sealing part were evaluated.

The airtightness of the sealing part of the pole bolt 4 for "evaluation of airtightness of sealing part" electric supply and the sintered compact board 3 made from ceramics was evaluated as follows. Temperature up was carried out at the rate of 10 ** / min, adjusting an output until the temperature of heating element element 2 portion became 1100 ** in the air, after reaching 1100 **, it held for 30 minutes and prescribed frequency load of the heat load cycle lowered to a room temperature at the rate of 10 ** / min was carried out. Airtightness was evaluated after the end of load using the helium leak detector (product model DLMS[made from Japanese Vacuum technology]-33). The result was shown in Table 1. The valuation basis is as follows.

O Seal They are leak nothing and ** seal after 500 cycles.... They are those with leak, and x seal after 200 cycles.... They are those with leak after 10 cycles.

[0035]The specimen shown in "evaluation of bonding strength of sealing part" special,

and drawing 2 (zygote joined using said sealing material of the pole bolt 4 for electric supply, and the sintered compact board 3.) The size produced the case and identitas in said heater element 20, and measured the disruptive strength of the crystallized glass between the pole bolt 4 for electric supply, and the sintered compact board 3 at a room temperature and 400 ** using the intensity measurement device (the product made from Instron, Instron MZ-401). The result is shown in Table 1.

[0036]

[Table 1]

	電極棒			焼結体板			封着材			気密 シールの 方法	気 密 性	破壊強度 MPa	
	材質	熱膨張 係数/℃	酸化 処理	材質	熱膨張 係数/℃	酸化 処理	組 成	熱膨張 係数/℃	軟化点 ℃			室温	400 ℃
実施例 1	炭化 珪素	4.0×10^{-6}	なし	窒化 アルミナ	4.2×10^{-6}	なし	A	3.5×10^{-6}	650	封着	○	124	105
実施例 2	"	"	あり	"	"	あり	A	"	650	封着	○	238	207
実施例 3	"	"	あり	ムライト	4.5×10^{-6}	なし	A	"	650	封着	○	265	248
実施例 4	"	"	なし	窒化 アルミナ	4.2×10^{-6}	なし	B	6.0×10^{-6}	570	封着	○	/	/
実施例 5	二珪化 モリブデン	7.5×10^{-6}	なし	スズライト	7.8×10^{-6}	なし	C	8.5×10^{-6}	700 ~750	封着	○	/	/
実施例 6	炭化 珪素	4.0×10^{-6}	なし	窒化 珪素	3.3×10^{-6}	なし	D	4.6×10^{-6}	840	封着	○	/	/
実施例 7	ランタ ノミライト	9.7×10^{-6}	なし	フル スズライト	10.5×10^{-6}	なし	C	8.5×10^{-6}	700 ~750	封着	○	/	/
実施例 8	シリニア	9.2×10^{-6}	なし	窒化 アルミナ	4.2×10^{-6}	なし	A	3.5×10^{-6}	650	封着	△	/	/
比較例	炭化 珪素	4.0×10^{-6}	なし	窒化 アルミナ	"	なし	—	—	—	0 リットル	×	—	—

封着材組成 (ただし、R=MgO+CaO+BaO)

A: ZnO (60 重量%) - B₂O₃ (25 重量%) - SiO₂ (15 重量%)

B: ZnO (30 重量%) - B₂O₃ (50 重量%) - SiO₂ (20 重量%)

C: SiO₂ (72.5 重量%) - Al₂O₃ (2 重量%) - [MgO+CaO+BaO] (12 重量%) - [K₂O+Na₂O] (13.5 重量%)

D: SiO₂ (49 重量%) - Al₂O₃ (10 重量%) - B₂O₃ (15 重量%) - [MgO+CaO+BaO] (25 重量%) - [K₂O+Na₂O] (0.1 重量%) - その他(残部)

[0037](Example 2) The same operation as Example 1 was performed, and the heater element of the structure shown in drawing 1 was produced. However, after manufacturing the zygote of the heating element element 2 and the pole bolt 4 for electric supply, it oxidized in the 1-hour air at 1300 **, and the oxide film was formed in the surface. On the other hand, the sintered compact board 3 was also oxidized in the 1-hour air at 900 **, the oxide film was formed in the surface, and the glass sealing of these was carried out after that. The quality assessment same about the obtained substrate heating device as Example 1 was carried out. A result is shown in Table 1.

[0038](Example 3) Changing the construction material of the sintered compact board 3 into mullite, to the sintered compact board 3 which consists of this mullite, except not having given, oxidation treatment performed the same operation as Example 2, and produced the substrate heating device of the structure shown in drawing 1. The quality assessment same about the obtained substrate heating device as Example 1 was carried out. A result is shown in Table 1.

[0039](Example 4) The same operation as Example 1 was performed, and the heater

element of the structure shown in drawing 1 was produced. However, the presentation A of sealing material was changed into the presentation B which serves as 30 g of zinc oxides (ZnO), and 50 g of boron oxide (B_2O_3) from 20g (powder, 570 ** of softening temperatures) of silica (SiO_2). The quality assessment same about the obtained heater element as Example 1 was carried out. A result is shown in Table 1.

[0040](Example 5) The same operation as Example 1 was performed, and the heater element of the structure shown in drawing 1 was produced. However, the construction material of the heating element element 2 and the pole bolt 4 was changed into molybdenum disilicide, and the construction material of the sintered compact board 3 was changed into the steatite. the presentation A of a sealing glass ceramic -- SiO_2 (72.5 % of the weight)-aluminum $_2\text{O}_3$ (2 % of the weight)-[$\text{MgO}+\text{CaO}+\text{BaO}$] (12 % of the weight)- the soda lime glass (the Asahi Glass Co., Ltd. make.) which has the presentation C of [$\text{Na}_2\text{O}+\text{K}_2\text{O}$] (13.5 % of the weight) It changed at Asahi AS and 700-750 ** of softening temperatures. The heating element element 2 and the pole bolt 4 were mechanically connected using the screw made from molybdenum disilicide. The quality assessment same about the obtained heater element as Example 1 was carried out. A result is shown in Table 1.

[0041](Example 6) The same operation as Example 1 was performed, and the heater element of the structure shown in drawing 1 was produced. However, the construction material of the sintered compact board 3 was changed into silicon nitride. The presentation A of a sealing glass ceramic. SiO_2 (49 % of the weight)-aluminum $_2\text{O}_3$ (10 % of the weight)-[$\text{MgO}+\text{CaO}+\text{BaO}$] (25 % of the weight)- the barium borosilicate glass (the Corning, Inc. make.) which has the presentation D of [$\text{Na}_2\text{O}+\text{K}_2\text{O}$] (0.1 % of the weight) It changed at Corning 7059 and 840 ** of softening temperatures. The quality assessment same about the obtained heater element as Example 1 was carried out. A result is shown in Table 1.

[0042](Example 7) The same operation as Example 1 was performed, and the substrate heating device of the structure shown in drawing 1 was produced. However, the construction material of the heating element element 2 and the pole bolt 4 was changed into lanthanum chromite, and the construction material of the sintered compact board 3 was changed into forsterite. the presentation A of a sealing glass ceramic -- SiO_2 (72.5 % of the weight)-aluminum $_2\text{O}_3$ (2 % of the weight)-[$\text{MgO}+\text{CaO}+\text{BaO}$] (12 % of the weight)- the soda lime glass (the Asahi Glass Co., Ltd. make.) which has the presentation C of [$\text{Na}_2\text{O}+\text{K}_2\text{O}$] (13.5 % of the weight) It changed at Asahi AS and 700-750 ** of softening temperatures. The heating element element 2 and the pole bolt 4 were mechanically connected using the screw made from lanthanum chromite. The quality assessment same about the obtained heater element as Example 1 was carried out. A result is shown in Table 1.

[0043](Example 8) The same operation as Example 1 was performed, and the heater element of the structure shown in drawing 1 was produced. However, the construction material of the heating element element 2 and the pole bolt 4 was changed into zirconia. The heating element element 2 and the pole bolt 4 were mechanically connected using the screw made from zirconia. The quality assessment same about

the obtained heater element as Example 1 was carried out. A result is shown in Table 1.

[0044](Comparative example) The same heater element as Example 1 was produced except having connected airtightly the pole bolt 4 for electric supply, and the sintered compact board 3 with the O ring (the E. I. du Pont de Nemours & Co. make, cull RETTSU). The airtightness of the sealing part was evaluated like Example 1 about the obtained heater element. A result is shown in Table 1.

[0045]If a pole bolt and a sintered compact board are sealed by the sealing material which consists of glass or crystallized glass so that clearly from Table 1, since the heat stress at the time of heating is small, confidentiality will be maintained, and high bonding strength will be obtained. In neither Example 1 nor – Example 7, since especially the thermal expansion coefficient difference between a pole bolt and sealing material and the thermal expansion coefficient difference between a sintered compact board and sealing material are as small as below $2 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$, even if it gives the thermal excursion of 500 cycles, airtightness has completely deteriorated. In Example 8, since the thermal expansion coefficient difference between a pole bolt and sealing material is as large as $5.7 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$, the number of times of a durable thermal excursion is falling to 200 times a little.

[0046](Example 9) The heating apparatus for waste gas processing of the structure shown in drawing 3 was produced. The heating apparatus for this waste gas processing is used for processing of the industrial waste containing chlorofluocarbon, and the device for carrying out the pyrolysis of the harmful gas which comes out when incinerating plastics, and processing it. The pyrolysis of the waste gas introduced into the heating apparatus for this waste gas processing is heated and carried out to about 450°C – 650°C , it is made to react to a steam at 900°C – 1100°C by a reformer further, dehalogenation is carried out, by a gas scrubber, it sprays the alkaline water, is washed and detoxicating treatment is carried out.

[0047]As shown in drawing 3, the waste gas which should heat the inside of the tubular chamber 41 for heating flows through the heating apparatus 40 for this waste gas processing, and the heating element element 2 made from a ceramic sintered body is arranged in this gas stream. The heating element element 2 is included in the heater element 20 which becomes this invention, and is attached to the chamber 41 of the waste gas heating apparatus 40. Namely, integral moulding of the heating element element 2 is carried out to the pole bolt 4 for electric supply, and the pole bolt 4 for electric supply is airtightly sealed by the sintered compact board 3 via sealing material, The heating element element 2 is inserted from the opening of a chamber, and the sintered compact board 3 is airtightly attached to the outer wall of the chamber 41 using O ring 11. As for the construction material of the heater element 2 and the pole bolt 4 for electric supply, the thermal conductivity under ordinary temperature is $175 \text{ W/m}\cdot\text{K}$, and emissivity used the conductive silicon carbide sintered compact of 0.9. The coefficient of thermal expansion used the glass of a zinc oxide–boron oxide system of $3.5 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ for sealing material. If the metal electrode portion 7 is connected to a power supply and electric power is supplied, the heating

element element 2 generates heat and heating of waste gas can be performed continuously.

[0048] Since the heating element element 2 consists of a conductive ceramic sintered body if it is considered as the heating apparatus for waste gas processing of such composition, it has remarkable corrosion resistance to hot waste gas. What is necessary is just to exchange the whole heater unit 20 prepared separately beforehand, when the heating element element 2 has been damaged at last it operated for a long time. Since the bolt (graphic display abbreviation) could be used, for example and exchange of the heater unit 20 was performed by very simple work [only binding tight airtightly] via O ring 11, working hours were able to be shortened substantially.

[0049] (Example 10) The substrate heating device of the structure shown in drawing 4 was produced. As for the construction material of the planate heating element element 2 and the pole bolt 4 for electric supply, the thermal conductivity under ordinary temperature is 175 W/m-K, and emissivity used the conductive silicon carbide sintered compact of 0.9. The shape of the heating element element 2 is 3 mm in thickness, and is 240 mm in diameter.

The width of the heating element element 2 was 24 mm in the center of an inner week part, was gradually made small, and was 6 mm on the No. 1 outside of the peripheral part.

Shape of the pole bolt 4 for electric supply was made into rod form 6 mm in diameter, and 300 mm in length. As construction material of the sintered compact board 3, aluminium nitride (made by Sumitomo Osaka Cement) was used. The diameter of the sintered compact board 3 was 100 mm and 6 mm in thickness, and set the diameter of the through hole of the pole bolt 4 for electric supply to 8 mm. The substrate support plate 10 and the leg 13 were made into the product made from transparent quartz, and made the heater case 6 the product made from opaque quartz. The pole bolts 4 and 4 for electric supply have been arranged in an 18-mm position from the center.

Construction material of the metal electrode portion 7 was made into covar.

[0050] The zygote of the heating element element 2 and the pole bolt 4 for electric supply was obtained as follows. Silicon powder and molybdenum powders were used and the bonding agent which added alpha-terpineol which dissolved the acrylic resin and was mixed was used as the heating element element 2 with ** in the plane of composition of the pole bolt 4 for electric supply. Subsequently, the heating element element 2 and the pole bolt 4 for electric supply were assembled in predetermined shape, indirect desulfurization fat was performed at 350 ** for 20 minutes, and it joined by heat-treating for 30 minutes at 1500 ** under atmospheric pressure. On the other hand, as the sealing material 12, the crystallized glass of a $\text{ZnO-B}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ system of 650 ** of softening temperatures was used.

[0051] The pole bolt 4 for electric supply joined to the heating element element 2 and the sintered compact board 3 were sealed as follows, and the heater element 20 was obtained. First, the pole bolt 4 for electric supply joined to the heating element element 2 and the sintered compact board 3 were allocated in the position using the

carbon jig, respectively. Said sealing material was put into the crevice between the pole bolt 4 for electric supply, and the sintered compact board 3 after allocation, and temperature up was carried out to 900 °C by 10 °C / min in a nitrogen atmosphere, and after holding for 30 minutes at 900 °C, it cooled to the room temperature in 10 °C / min. On the other hand, the bolt made from covar was used for the end of the pole bolt 4 for electric supply, and the metal polar zone 7 was connected with it.

[0052]The heater element 20 manufactured as mentioned above was included in the rear face of the substrate support plate 10 of a substrate heating device, the sintered compact board 3 was airtightly attached to the outer wall of the chamber 1 via O ring 11 using the bolt 17, and the substrate heating device 30 was completed. About this substrate heating device, the airtightness of a sealing part and the bonding strength of the sealing part were evaluated. The silicon wafer 8 is laid on "evaluation of airtightness of sealing part" substrate support plate 10, The supplied power source was connected to the metal electrode portion 7, temperature up was carried out to 750 °C (wafer temperature) at the rate of 10 °C / min, adjusting an output, after reaching 750 °C, it held for 30 minutes and prescribed frequency load of the heat load cycle lowered to a room temperature at the rate of 10 °C / min was carried out. Airtightness was evaluated after the end of load using the helium leak detector (product model DLMS[made from Japanese Vacuum technology]-33). As a result, leak was not accepted at all after 500 cycles.

[0053]after the end of airtight evaluation of "evaluation of bonding strength of sealing part" above, and an intensity measurement device (the product made from Instron.) When the disruptive strength of the crystallized glass between the pole bolt 4 for electric supply and the sintered compact board 3 was measured at a room temperature and 400 °C using Instron MZ-401, at the room temperature, it had 105MPa and sufficient intensity in 124MPa and 400 °C.

[0054]Since the heating element element 2 consists of a conductive ceramic sintered body if it is considered as the substrate heating device of such composition, and it has corrosion resistance to hot reactant gas, a device life is long. What is necessary is just to exchange the whole heater unit 20 prepared separately beforehand, when the heating element element 2 has been damaged at last it operated for a long time. Since the bolt 17 could be used, for example and exchange of the heater unit 20 was performed by very simple work [only binding tight airtightly] via O ring 11, working hours were able to be shortened substantially.

[0055]

[Effect of the Invention]As mentioned above, since the heater element of this invention formed the heating element element and the pole bolt for electric supply with the electrically-conductive-ceramics sintered compact and the end of the pole bolt for electric supply was drawn out of the chamber, in order to only carry out formation processing of the exothermic part with electrically conductive ceramics, for the crack etc. which originated in the difference of the coefficient of thermal expansion since it was not what was formed by composite of dissimilar material not to

occur, and to excel in endurance and also not to use devices, such as HIP, -- manufacture -- it is easy. And it is easy to come out as bolting of the attachment to heating apparatus is carried out via an O ring, is easy and can be performed by short-time work. Not to mention temperature up still smaller calorific capacity and rapid and a temperature fall being attained, therefore becoming possible not to need a long time in heat treatment of substrates, such as a semiconductor wafer, but to raise the productivity of heat treatment of a substrate substantially, The goods used as the pollution source of substrates, such as a semiconductor wafer, volatilize, and substrates, such as a semiconductor wafer, are not polluted from the member which constitutes a substrate heating device, for example, an electrode member etc.

DESCRIPTION OF DRAWINGS

[Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1] It is a sectional view explaining the structure of the heater element of this invention.

[Drawing 2] It is the top view and sectional view of a specimen for measuring the bonding strength of a pole bolt and a sintered compact board.

[Drawing 3] It is a sectional view explaining the structure of the heating apparatus for waste gas processing shown in Example 9.

[Drawing 4] It is a sectional view explaining the structure of the substrate heating device shown in Example 10.

[Drawing 5] It is a sectional view explaining the structure of the substrate heating device in conventional technology.

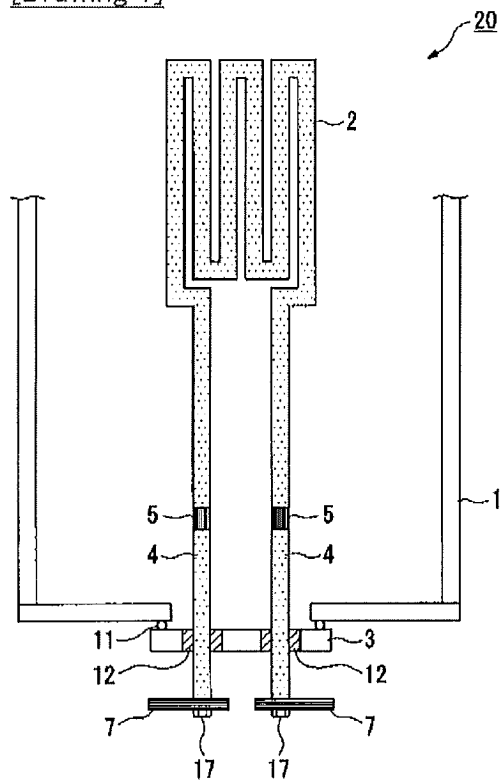
[Drawing 6] It is a figure showing an example in the method of attaching a ceramics heater to the heating apparatus in conventional technology.

[Description of Notations]

1,106.A chamber, 2.A heating element element, 3.A sintered compact board, 4,104.....The pole bolt for electric supply, 5.A joining layer, 6.A heater case, 7.A metal electrode portion, 8.A substrate, 10.A substrate support plate, 11.An O ring, 12.....Sealing material, 15,115.A thermo couple, 20.A heater element, 30,100.A substrate heating device, 40.The heating apparatus for waste gas processing, 101.A heater part, 103.A convex supporter, 105.A resistance heating element, 108.An airtight seal part, 203.[.... A heat-resistant insulation material 209,223 / An alumina fiber, 221 / A power supply terminal, 225 / Insulating sealant] A furnace shell, 205 A ceramics heater, 206A heat-resistant insulation material, 208,224

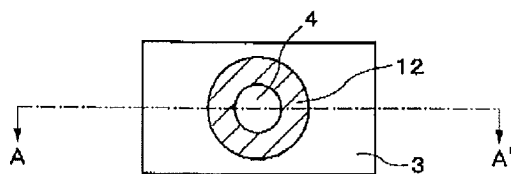
DRAWINGS

[Drawing 1]

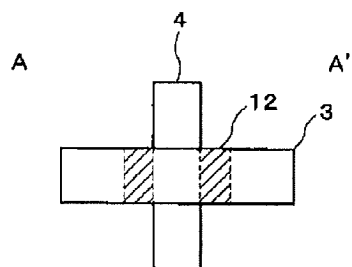


[Drawing 2]

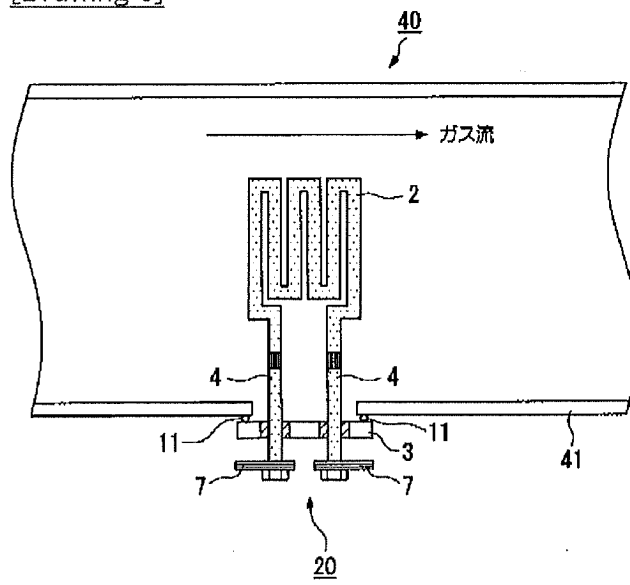
(a)



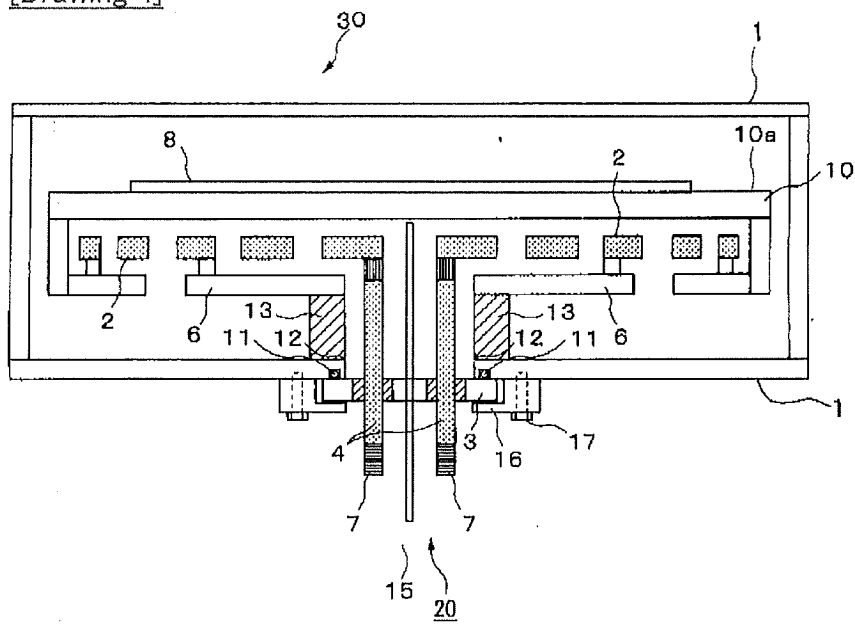
(b)



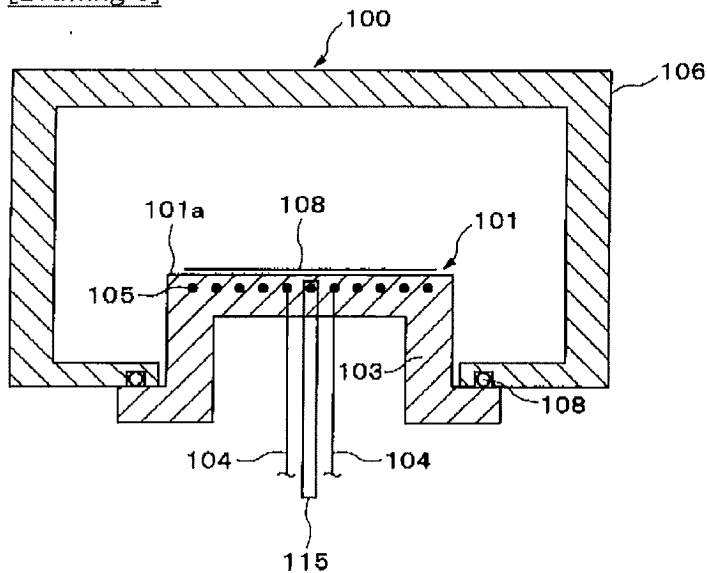
[Drawing 3]



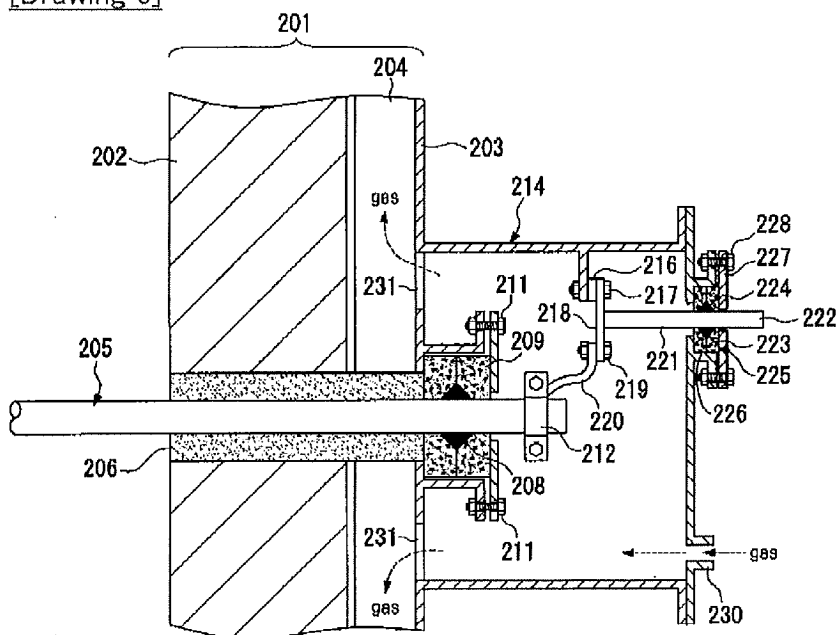
[Drawing 4]



[Drawing 5]



[Drawing 6]



CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] A heater element characterized by coming airtightly to be sealed by sealing material to which both said sintered compact boards and said pole bolts for electric supply become characterized by comprising the following from glass or crystallized glass.

A heating element element made from an electrically-conductive-ceramics sintered compact which generates heat by energization at least.

A sintered compact board made from ceramics for covering an opening of a chamber airtightly and attaching said heating element element in a chamber.

A pole bolt for electric supply made from an electrically-conductive-ceramics sintered compact which one end was connected with said heating element element, and the other end penetrated said sintered compact board, and was drawn out of said chamber.

[Claim 2]The heater element according to claim 1 or 2, wherein a difference of a coefficient of thermal expansion of said pole bolt for electric supply and said sealing material is below $2 \times 10^{-6}/**$ and a difference of a coefficient of thermal expansion of a sintered compact board made from said ceramics and said sealing material is below $2 \times 10^{-6}/**$.

[Claim 3]The heater element according to claim 1 or 2, wherein connection or mechanical connection by a bonding agent comes to carry out integral moulding of said heating element element and said pole bolt for electric supply beforehand.

[Claim 4]The heater element according to claim 1 or 2 characterized by coming to carry out integral moulding of said heating element element and said pole bolt for electric supply with an identical material beforehand.

[Claim 5]A heater element given in any 1 paragraph of claim 1 to claim 4 being that to which construction material of said pole bolt for electric supply uses as the main ingredients at least one sort chosen from a group which consists of silicon carbide, molybdenum disilicide, zirconia, and lanthanum chromite.

[Claim 6]Construction material of a sintered compact board made from said ceramics Silicon nitride, alumimium nitride, A heater element given in any 1 paragraph of claim 1 to claim 5 being what uses as the main ingredients at least one sort chosen from a group which consists of mullite, alumina, a KOJUE light, sialon, magnesia, zircon, forsterite, and a steer light.

[Claim 7]Said sealing material Alumino silica glass, barium boro-silicated glass, boro-silicated glass, Soda barium silica glass, lead boro-silicated glass, zinc oxide-boron oxide-silica glass ceramics, A heater element given in any 1 paragraph of claim 1 to claim 6 being at least one sort chosen from a group which consists of zinc borosilicate glass, natron English glass, and yttrium oxide oxidation aluminum silica glass.

[Claim 8]A heating element for heating arranged in a chamber for heating and this chamber at least is provided, Heating apparatus which is the heating apparatus using a heater element given in any 1 paragraph of claim 1 to claim 7 as this heating element, and is characterized by attaching a sintering plate made from said ceramics to an outer wall of a main part chamber of heating apparatus airtightly via an O-ring (O ring).

[Claim 9]It is the substrate heating device have the following and using a heater element given [as a heating element plate-like / this] in any 1 paragraph of claim 1 to claim 7, A substrate heating device, wherein a sintering plate made from said ceramics is airtightly attached to an outer wall of a main part chamber of a substrate heating device via an O-ring (O ring).

A chamber for heating at least.

A substrate supporting stand arranged in this chamber.

A plate-like heating element arranged at the rear face of this substrate supporting stand.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2001-181047
(P2001-181047A)

(43) 公開日 平成13年7月3日(2001.7.3)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	データベース*(参考)
C 0 4 B 35/565		H 0 5 B 3/14	C 3 K 0 9 2
H 0 5 B 3/14		C 0 4 B 35/56	1. 0 1 C 4 G 0 0 1

審査請求 未請求 請求項の数 1 O L (全 4 頁)

(21) 出願番号 特願平11-364109

(22) 出願日 平成11年12月22日(1999.12.22)

(71) 出願人 000219750

東海高熱工業株式会社

東京都新宿区西新宿6丁目14番1号

(72) 発明者 佐藤 明彦

東京都新宿区西新宿6丁目14番1号 東海
高熱工業株式会社内

(72) 発明者 大西 宣道

東京都新宿区西新宿6丁目14番1号 東海
高熱工業株式会社内

(74) 代理人 100071663

弁理士 福田 保夫 (外1名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 炭化けい素発熱体

(57) 【要約】

【課題】 腐食性ガス雰囲気中で長期に亘って、安定に使用することのできる耐久性に優れた再結晶質の炭化けい素発熱体を提供する。

【解決手段】 発熱部が再結晶質SiCからなり、再結晶質SiCのSiC粒子間の結合部の表面に、Al₂O₃が50～80wt%、CaOが10～35wt%、Na₂Oが2～10wt%の組成からなるAl₂O₃/CaO/Na₂O複合組成物を充填させてなることを特徴とする炭化けい素発熱体。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 発熱部が再結晶質SiCからなり、再結晶質SiCのSiC粒子間の結合部の表面に、 Al_2O_3 50～80wt%、 CaO 10～35wt%、 Na_2O 2～10wt%の組成からなる Al_2O_3 / CaO / Na_2O 複合組成物を析出させてなることを特徴とする炭化けい素発熱体。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、耐久性に優れ、特にハロゲンガスや水素などの腐食性ガスに曝される雰囲気下で使用される抵抗発熱体として好適に用いることのできる炭化けい素発熱体に関する。

【0002】

【従来の技術】炭化けい素焼結体は耐熱性、耐熱衝撃性、耐蝕性、高温強度特性などに優れており、また抵抗値が発熱体に適した値を有しているため、従来から高温用の抵抗発熱体として有用されている。

【0003】炭化けい素焼結体は、SiC粉末を押出し成形法や鑄込み成形法などによって、ロッド、パイプ、シートなどの所定の形状に成形し、熱処理して再結晶化する方法、SiC粉末と炭素の混合粉末を成形し、成形体に高温で溶融した金属Siを含浸して熱処理し、炭素とSiの固相-液相反応によって生成したSiCの二次粒子によりSiC粉末を結合させる反応焼結法、あるいは焼結助材を用いる常圧焼結法、などの方法により製造されている。

【0004】このうち、再結晶炭化けい素焼結体はSiC粉末に有機バインダーを混合して、所定の形状に成形したのち焼成処理することにより製造されるので、大型で複雑形状の焼結体を得ることができ、また焼結助材などの添加による不純物の混入もないので、純度が高く、電気抵抗特性などの物理的性状も安定しているため発熱体として広く用いられている。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】再結晶法による炭化けい素焼結体は、SiC粉末に有機バインダーを混合して成形した成形体を2100℃以上の高温で熱処理して、表面拡散および蒸発凝縮などのプロセスを経て、SiC粉末の粒成長によりSiC粒子間が結合され、組織が形成されるものであるから、組織構造にはSiC粒子とSiC粒子の結合部が存在し、この結合部の太さや数は、機械的強度や電気的特性を支配するだけでなく、化学的耐久性いわゆる寿命についても大きな支配的要因となっている。

【0006】すなわち、このSiC粒子間の結合部は他の部分に比べて耐蝕性や強度が低いために、腐食性ガス雰囲気中に曝された場合にはこの結合部が侵食されて劣化し、長期に亘って安定して使用することが困難となる欠点がある。

【0007】特に、塩素、フッ素などのハロゲンガスや水素ガスのような腐食性の強いガス雰囲気中に曝される場合には、侵入した腐食性ガスによりSiC粒子間の結合部が侵食されて、比較的短期間で発熱体として使用することができなくなる問題点がある。

【0008】本発明者らは、再結晶質のSiC焼結体からなる炭化けい素発熱体の有する上記問題点を解消するために、鋭意研究を進めた結果、再結晶質の炭化けい素焼結体を構成するSiC粒子間の結合部の表面に、 Al_2O_3 と CaO および Na_2O からなる複合組成物を析出し、更にその組成を特定することにより、耐久性に優れた炭化けい素発熱体を得られることを見出した。

【0009】すなわち、本発明は上記の知見に基づいて完成したもので、その目的は耐蝕性が高く、腐食性ガス雰囲気中において長期に亘って安定に使用することのできる耐久性に優れた再結晶質の炭化けい素発熱体を提供することにある。

【0010】

【課題を解決するための手段】上記の目的を達成するための本発明による炭化けい素発熱体は、発熱部が再結晶質SiCからなり、再結晶質SiCのSiC粒子間の結合部の表面に Al_2O_3 50～80wt%、 CaO 10～35wt%、 Na_2O 2～10wt%の組成からなる Al_2O_3 / CaO / Na_2O 複合組成物を析出させてなることを構成上の特徴とする。

【0011】

【発明の実施の形態】本発明の炭化けい素発熱体は再結晶質SiCからなるものであり、再結晶質SiCは常法に従って製造される。すなわち、粒度調整したSiC粉末に水あるいはアルコールなどの溶媒、およびポリビニルアルコール、メチルセルロース、カルボキシメチルセルロースなどの有機バインダーを加えて混合し、押し出し成形やプレス成形などの常用の手段により成形して、所望の成形体を作製する。次いで、成形体を2100℃以上の温度に加熱して焼成処理することにより再結晶質SiC成形体を得られる。

【0012】このようにして得られた再結晶質SiC成形体の組織は、粒成長したSiC粒子相互が互いに結合した組織構造からなり、SiC粒子間の結合部の周辺には空隙が存在するため、通常15～30%程度の気孔率を有している。この再結晶質SiCからなる炭化けい素発熱体をハロゲンガスや水素ガスなどの腐食性ガス雰囲気下で使用した場合には、これらの腐食性ガスが炭化けい素発熱体表面から内部に侵入して、主にSiC粒子間の結合部が侵食され、再結晶質SiCの組織構造の劣化を招き、使用寿命が短縮化することになる。

【0013】本発明の炭化けい素発熱体は、このSiC粒子間の結合部の表面に、 Al_2O_3 50～80wt%、 CaO 10～35wt%、 Na_2O 2～10wt%の組成からなる耐熱性および耐蝕性に優れた Al_2O_3 / CaO

／ Na_2O 複合組成物を析出させた組織構造としたことを特徴とするものである。すなわち、腐食性ガスに対する耐蝕性の高い Al_2O_3 を主成分とし、耐酸化性を付与するために機能する CaO 、更に、 SiC 粒子間の結合部との密着性を高めるために機能する Na_2O からなる Al_2O_3 ／ CaO ／ Na_2O 複合組成物の成分およびその組成を特定することにより、耐熱、耐蝕性が高く、耐久性に優れた長寿命の炭化けい素発熱体の提供を可能にしたものである。

【0014】析出する Al_2O_3 ／ CaO ／ Na_2O 複合組成物の組成を上記範囲に設定する理由は、 Al_2O_3 の組成比が 50wt% 未満であると耐蝕性に劣り、一方 80wt% を越えると SiC 粒子間の結合部との接合力が低下し、また耐酸化性も劣ることとなる。また、 CaO が 10wt% を下回ると耐酸化性が充分でなく、35wt% を上回ると耐蝕性の低下を招くこととなり、 Na_2O が 2wt% 未満では結合部との接合力が低く、密着性に劣り、また 10wt% を越えると耐蝕性が劣る結果となるためである。

【0015】このように、本発明の炭化けい素発熱体は、再結晶質 SiC の SiC 粒子間の結合部の表面に、 Al_2O_3 50～80wt%、 CaO 10～35wt%、 Na_2O 2～10wt% の組成からなる耐熱性および耐蝕性に優れた Al_2O_3 ／ CaO ／ Na_2O 複合組成物を析出させた組織構造とした点に特徴を有し、その結果、耐蝕性、耐酸化性、密着性などの性能向上を図ることが可能となる。

【0016】本発明の炭化けい素発熱体は、 Al_2O_3 、 CaO および Na_2O の微粉を所定の重量比で分散させた水分散液やアルミナゾルに CaO および Na_2CO_3 の微粉を混合して調製した水分散液、あるいは Al 、 Ca および Na の水溶性塩類を所定の重量比で溶解した水溶液、を塗布や浸漬などの手段で再結晶質 SiC 成形体中含浸し、乾燥、熱処理して、 SiC 粒子間の結合部の表面に Al_2O_3 ／ CaO ／ Na_2O 複合組成物を析出することにより製造される。

【0017】熱処理は 1300℃ 以上の温度で 4 時間以上行うことが好ましく、この熱処理により Al_2O_3 ／ CaO ／ Na_2O の複合組成物が SiC 粒子と SiC 粒子の結合部の表面に析出し、焼き付けられて結合部に密着した状態で形成される。なお、この熱処理時に SiC

粒子間の結合部の SiC の一部が酸化されて SiO_2 が生成するが、生成した SiO_2 は Na_2O とともに結合部との密着性の向上に有効機能する。

【0018】

【実施例】以下、本発明の実施例を比較例と対比して具体的に説明する。

【0019】常法により、直径 20mm、発熱部長 250mm、両端部の端部長各 250mm、全長 750mm の棒状の再結晶質 SiC 成形体からなる炭化けい素発熱体を作製した。

【0020】実施例 1

この炭化けい素発熱体の発熱部に、 Al_2O_3 微粉 69wt%、 CaO 微粉 24wt%、 Na_2O 微粉 7wt% の割合で混合し、有機バインダー、分散剤を添加して作成した水分散液を含浸し、乾燥したのち、大気中 1380℃ の温度に加熱して、4 時間保持した。この熱処理により SiC 粒子間の結合部の表面に、 Al_2O_3 ／ CaO ／ Na_2O 複合組成物を析出させて、本発明の炭化けい素発熱体を製造した。

【0021】次に、腐食性ガス雰囲気中における耐久性を試験するために、この炭化けい素発熱体を箱型抵抗炉にセットし、炉内雰囲気を変えて、炉内温度 1300℃、表面負荷密度 5W/cm² の条件で 1000 時間操炉した。炉内雰囲気としては、水蒸気雰囲気、窒素ガス雰囲気およびフッ素ガス雰囲気に、それぞれ保持した。

【0022】比較例 1

上記の常法により作製した炭化けい素発熱体の発熱部に、水分散液を含浸することなくそのまま用いた未処理の炭化けい素発熱体について、実施例 1 と同一の条件で腐食性ガス雰囲気中における耐久性試験を行った。

【0023】比較例 2

上記の常法により作製した炭化けい素発熱体の発熱部に、被覆処理を施して、ガラス質コート、 Si_3N_4 コート、 SiC コートを各形成した炭化けい素発熱体について、実施例 1 と同一の条件で腐食性ガス雰囲気中における耐久性試験を行った。

【0024】この操炉試験の前後における炭化けい素発熱体の電気抵抗を測定して、抵抗増加率を求め、得られた結果を表 1 に示した。

【0025】

【表 1】

炉内雰囲気	水蒸気 雰囲気	窒素ガス 雰囲気	フッ素ガス 雰囲気
実施例1	40%	35%	60%
比較例1 (未処理品)	100%	80%	200%
比較例2 (コート品)	50% *1	50% *2	100% *3

表注；

*1 ガラス質コート

*2 Si_3N_4 コート

*3 SiC コート

【0026】表1の結果から、実施例1の炭化けい素発熱体は、未処理品である比較例1およびコート品である比較例2に比べて、水蒸気、窒素ガス、フッ素ガスのいずれの雰囲気においても抵抗の増加率が小さく、安定していることが判る。特にフッ素ガス雰囲気中における耐蝕性に優れていることが認められる。

【0027】

【発明の効果】以上のとおり、本発明の炭化けい素発熱体によれば、発熱部を形成する再結晶質 SiC の SiC 粒子間の結合部の表面に、 Al_2O_3 が50～80wt%、 CaO が10～35wt%、 Na_2O が2～10wtの組成からなる $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{CaO}/\text{Na}_2\text{O}$ 複合組成物が析出されているので耐熱性や耐蝕性が著しく向上し、水蒸気雰囲気やハロゲンガス雰囲気などの腐食性ガス雰囲気中において、安定に長期間に亘って使用することが可能となる。したがって、本発明は腐食性ガス雰囲気を用いる耐久性に優れた炭化けい素発熱体として工業上極めて有用である。

フロントページの続き

Fターム(参考) 3K092 QB09 QB62 QB74 UB01 VV09
4G001 BA01 BA03 BA07 BA22 BB01
BB03 BB07 BB22 BC17 BC33
BD22 BD37 BE26

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 実用新案出願公開

⑫ 公開実用新案公報(U) 平4-81934

⑤ Int.Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 平成4年(1992)7月16日

C 03 C 27/12

M

7821-4G

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全 頁)

⑭ 考案の名称 アンテナ入りガラス板

⑮ 実 願 平2-124912

⑯ 出 願 平2(1990)11月26日

⑰ 考 案 者 安 東 俊 治 大阪府大阪市中央区道修町3丁目5番11号 日本板硝子株式会社内

⑱ 考 案 者 前 田 拓 一 大阪府大阪市中央区道修町3丁目5番11号 日本板硝子株式会社内

⑲ 考 案 者 大 浦 聖 二 神奈川県川崎市幸区柳町70番地 株式会社東芝柳町工場内

⑳ 出 願 人 日本板硝子株式会社 大阪府大阪市中央区道修町3丁目5番11号

㉑ 出 願 人 株 式 会 社 東 芝 神奈川県川崎市幸区堀川町72番地

㉒ 代 理 人 弁理士 下田 容一郎 外2名

明 細 書

1. 考案の名称

アンテナ入りガラス板

2. 実用新案登録請求の範囲

2枚の板ガラス間に中間膜を介装し、この中間膜を介して上記板ガラスを接合一体化するようにした合わせガラス板において、上記中間膜の一面に導電性金属からなるアンテナを配設し、このアンテナの一方の引き出し部をアンテナを配設した面に設け、アンテナの他方の引き出し部を上記中間膜を貫通させて他方の面に設けたことを特徴とするアンテナ入りガラス板。

3. 考案の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本考案は、アンテナを備えるガラス板に関するものである。

〔従来技術〕

アンテナを備えるガラス板は、例えば、自動車のラジオアンテナ用ガラス板等が知られている。このガラス板は、ガラス板の表面に導電性金属を

付着してアンテナを形成したもので、アンテナを構成する導電性金属は、ガラス板表面に露出している。従って、アンテナは、周囲の環境によって劣化したり、外部からの接触で破断したり、切断されたりする虞が高い。

かかる自動車用アンテナの外、ガラス板にアンテナを設けたものとして、特開昭64-64022号が提案されている。この技術は、扉の開制御を無線で行なうもので、第4図の如く携帯式の送信器51から入退室の許可情報を送信させ、扉52に設けられたアンテナ53でこれを受信し、その受信情報を情報変換器54、光電変換器55の経路でリーダー部56に伝え、コントローラ57に扉52の開作動を指令し、扉52を開放し、図中58は入退室等を記録するホスト部である。

このようなシステムでは、一般に低い周波数帯、例えば中波帯を用いて障害物に電波が廻り込んで受信部で受信できるようにしている。

〔考案が解決しようとする課題〕

上記した扉をガラス板とした場合、これにアン

テナを設ける必要があり、アンテナはガラス扉に目立たないように設けることが望ましく、又、上記した自動車用ラジオのアンテナのように、ガラス板の表面に設け、外部に露出することは好ましくない。その理由は、アンテナ線は可及的に細い方が外観性の点で好ましく、細いアンテナ線を外部に設けることにより不可避免的に発生する破断、切断等が、扉の基本的機能である開動作機能を阻害するからで、アンテナに起因する故障は、この種ガラス扉では絶対に回避する必要がある。

そこで、上記したガラス板扉を合せガラスとし、合せガラスを構成する2枚の板ガラス間に介装される合成樹脂の中間膜と、板ガラスとの間にアンテナを配設すれば、アンテナは、板ガラス内に埋設されることとなり、外部に露出することがなく、従って、不慮の接触等による破断、切断等無くすることができ、又、アンテナはガラス板、中間膜間で保護され、強度等を顧慮することなく、極めて細径の線材を用いることができることを、本考案者等は見出した。

ところで、上記の如く合わせ板ガラス内にアンテナを埋設し、効率の良いアンテナを得るべく、線材を渦巻き状等に構成した場合、アンテナの2本の引出し線の内一方が渦巻き部に同一面内で干渉し合い、短絡してしまうこととなる。

本考案は、合せ板ガラス内に線材を埋設し、アンテナを構成するに際し、上記した同一面内への配線による不都合を解決すべくなされたもので、その目的とする処は、上記アンテナの配線を、引出し線が干渉することなく、短絡等の事故の発生を確実に防止し、機能を保障するようにしたことにある。又、合わせ板ガラスの特性を利用し、簡易に実現するようにしたことにある。

〔課題を解決するための手段〕

上記した課題を解決するための手段は、合わせ板ガラスの中間膜の一面に、導電性金属からなるアンテナを配設し、このアンテナの一方の引き出し部をアンテナを配設した面に設け、アンテナの他方の引き出し部を上記中間膜を貫通させて他方の面に設けたことである。

〔上記手段による作用〕

上記手段によれば、アンテナの引出し線の一方がアンテナの主要部と同一面に設けられるも、他方の引出し線は、中間膜を貫通して中間膜の反対側の面に導出され、アンテナの主要部や、他の引出し線と干渉することがない。

〔実施例〕

次に本考案の一実施例を添付した図面に従って詳述する。

第1図はアンテナ入りガラス板の一例としてのガラス板扉の正面図、第2図はアンテナ部分の拡大正面図、第3図は第2図の3-3線拡大断面図、第4図は無線開閉式の扉の説明図である。

実施例ではガラス板扉1を示し、第一図の如く、扉1は上下の枠2, 3、合わせ板ガラス6からなる。上下の枠2, 3は、不図示の建築躯体の出入口に設けられた上下のレールに係合し、開閉動を案内されるもので、上枠2には転動用ローラ4、下枠3にはガイド5が設けられている。合わせ板ガラス6は、第3図の如く2枚の板ガラス7, 8、

この間の中間膜 9 からなる。中間膜 9 は P V B
(ポリビニールブチラール) のシートからなり、
これを 2 枚の板ガラス 7, 8 間に挟み込み、加熱
加圧して三者を接合一体化し、合わせ板ガラス 6
を形成する。

かかる合わせ板ガラス 6 の成形に際し、アンテナ 10 を埋設する。アンテナ 10 は例えば、線径 0.11 mm の極細の線材 11 が用いられ、線材 11 をシート状中間膜 9 の一面 9-1 に貼着し、一方の引出し線 11-1 をこの面 9-1 の上端から垂下させ、この端部から折曲して実施例では、縦長方形に渦巻き状に巻回し、アンテナ 10 の本体を構成する渦巻き部 11-2 を形成する。渦巻き部 11-2 の線材間のピッチは、例えば 2 mm 程度とし、引出し線 11-1、渦巻き部 11-2 は、中間膜 9 の一方の面 9-1 と一方の板ガラス 7 との間に挟み込まれ、定着されることとなる。

アンテナ 10 の渦巻きの部 11-2 の最内側の端部 11-3 には、これから上方に引出し線 11-4 を延設し、引出し線 11-4 は、上記した引

出し線 1 1 - 1 と平行する。従って、引出し線 1 1 - 4 は、渦巻き部 1 1 - 2 の上部 1 1 - 5 とラップして上方に延出されることとなる。

そこで、引出し線 1 1 - 4 を以下の如く構成する。即ち、第 3 図に示すように、渦巻き部 1 1 - 2 の終端部 1 1 - 3 を、中間膜 9 の上記線材 1 1 を配設した面 9 - 1 とは反対側の面 9 - 2 方向に折曲し、中間膜 9 のこの部分を貫通 9 - 3 せしめて反対側の面 9 - 2 に導出する。導出端 1 1 - 6 は、更に面 9 - 2 と平行するように折曲し、この先に繋がる引出し線 1 1 - 4 を中間膜 9 の他方の面 9 - 2 に臨ませ、この側の板ガラス 8 との間で挟み込み、定着せしめる。

かくして、引出し線 1 1 - 4 は、他面 9 - 1 の渦巻き部 1 1 - 2 とラップしつつ同一面内で干渉することがなく、中間膜 9 が絶縁体であることから、短絡することはない。従って、アンテナ 1 0 のパターンを効率の点から任意に設定しても、引出し線を支障なく任意に配設することができることとなる。尚第 1 図中 1 2 は引出し線 1 1 - 1 ,

11-4の接続部、13は外部接続用のリード線である。

以上実施例では、アンテナを線材としたが、帯状のものでも良く、又、実施の対象はガラス板扉に限られず任意である。

〔考案の効果〕

以上で明らかなように本考案によれば、

アンテナをガラス板に設けるに際し、ガラス板を合わせ板ガラスとし、合わせ板ガラスを構成する合成樹脂製中間膜と、これに接合される中間膜間にアンテナを埋設するので、アンテナは外部に露出することが無く、アンテナの外部との接触等による破断、切断等の事故を皆無とし、又、これにより耐候性にも極めて優れたものが得られ、耐久性、寿命の点でも極めて有利であり、機能上優れたアンテナ入りガラス板を得ることができる。

特に本考案は、上記したアンテナとして、効率の点から、渦巻き等の引出し部が干渉し易いパターンを採用したとしても、中間膜の一面と一方の板ガラス間に引出し部、パターンを設置しても、

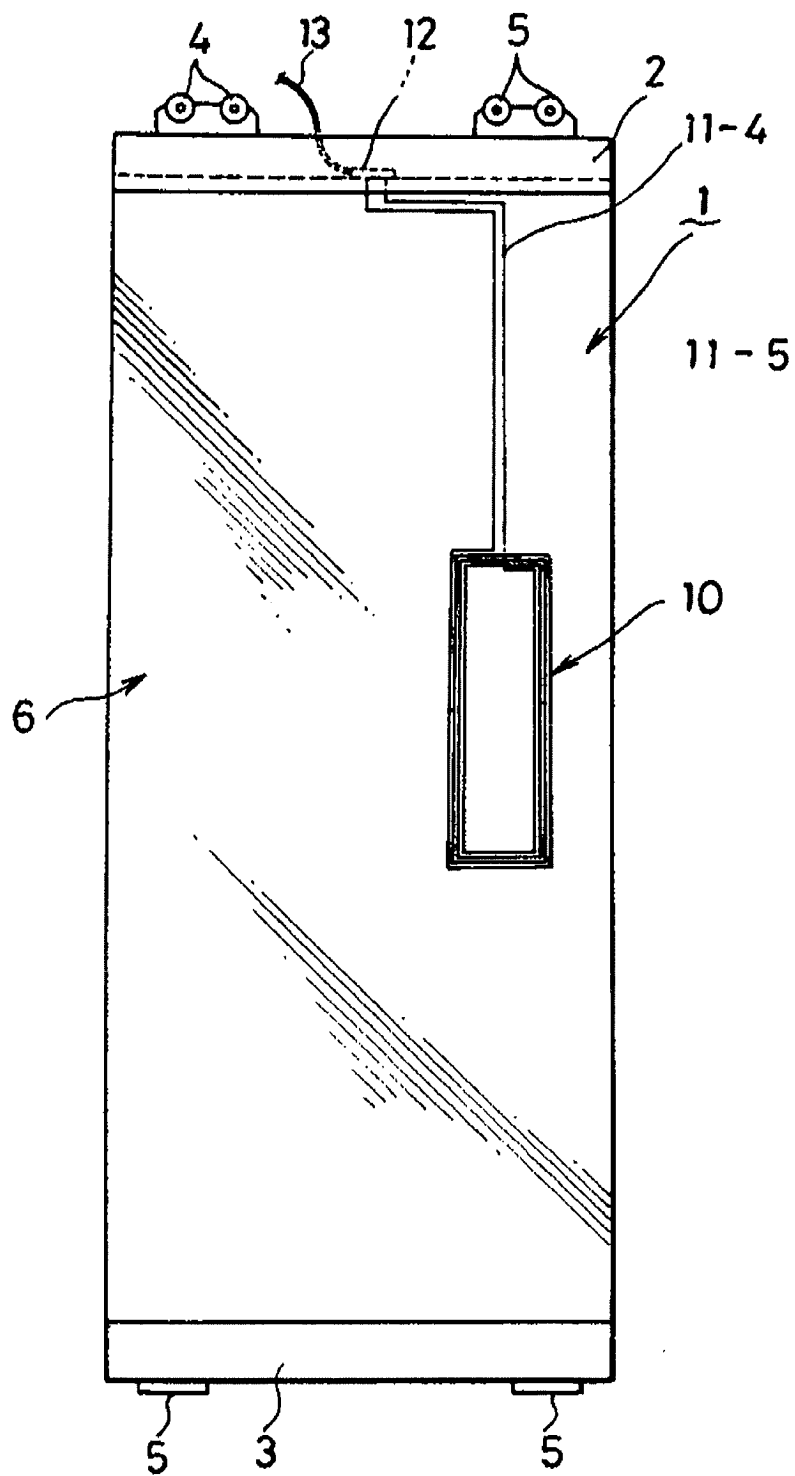
これと干渉する引出し部を、中間膜を貫通させて干渉しない面に設けるので、パターン、引出し部間の絶縁が確実に図れ、引出し部を考慮することなく、アンテナのパターンを効率のみを考慮して任意に、ベストに設定することができ、機能性に優れたアンテナ入りガラス板が得られる。

4. 図面の簡単な説明

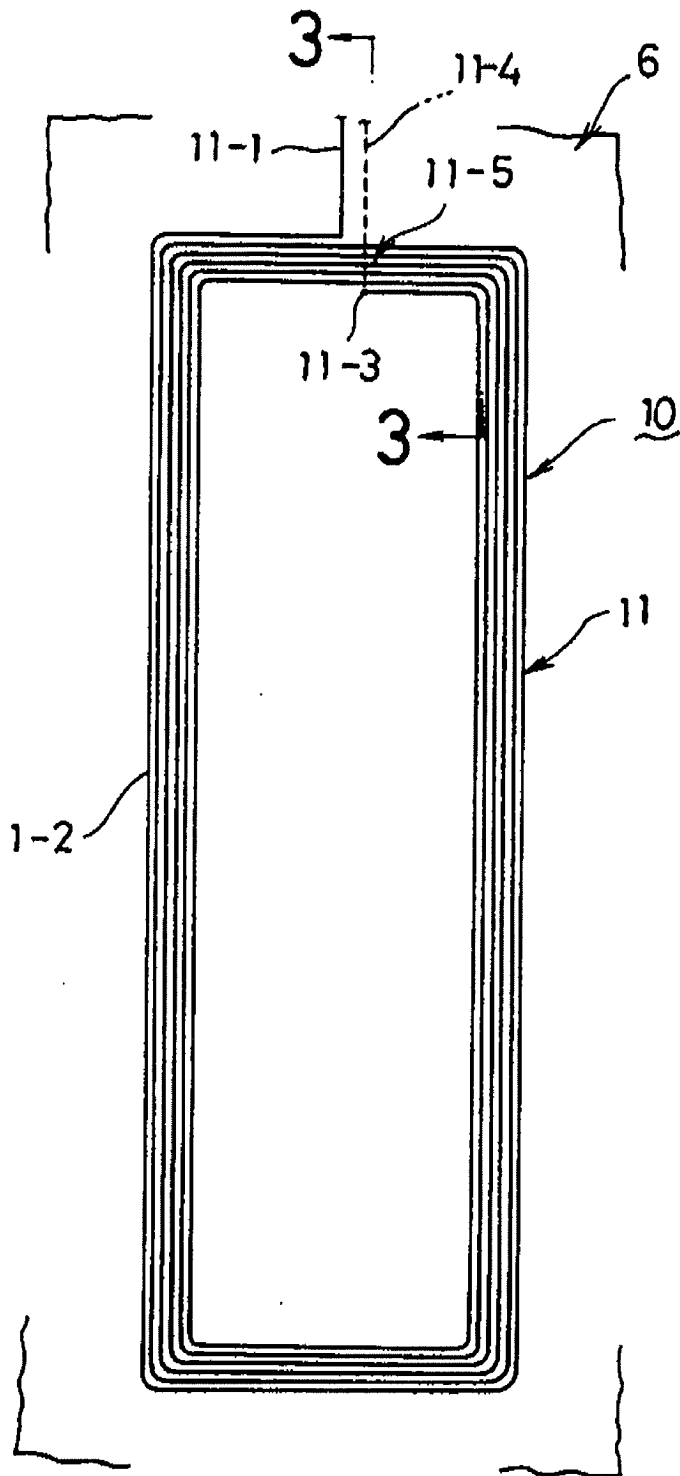
図面は本考案の一実施例を示すもので、第1図はアンテナ入りガラス板の一例としてのガラス板扉の正面図、第2図はアンテナ部分の拡大正面図、第3図は第2図の3-3線拡大断面図、第4図は無線開閉式の扉の説明図である。

尚図面中6は合せガラス板、7, 8は板ガラス、9は中間膜、9-1, 9-2は中間膜の面、9-3は貫通部、10はアンテナ、11はアンテナを構成する線材、11-4は引出し部である。

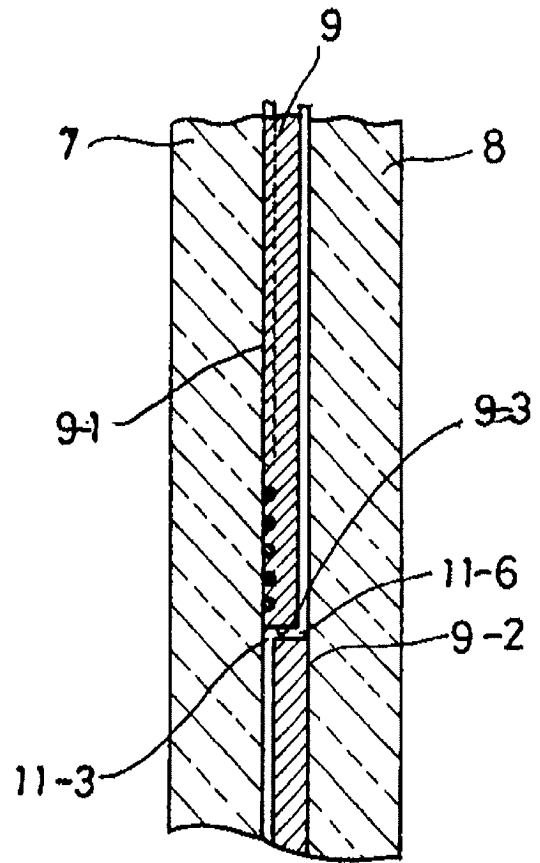
第 1 図



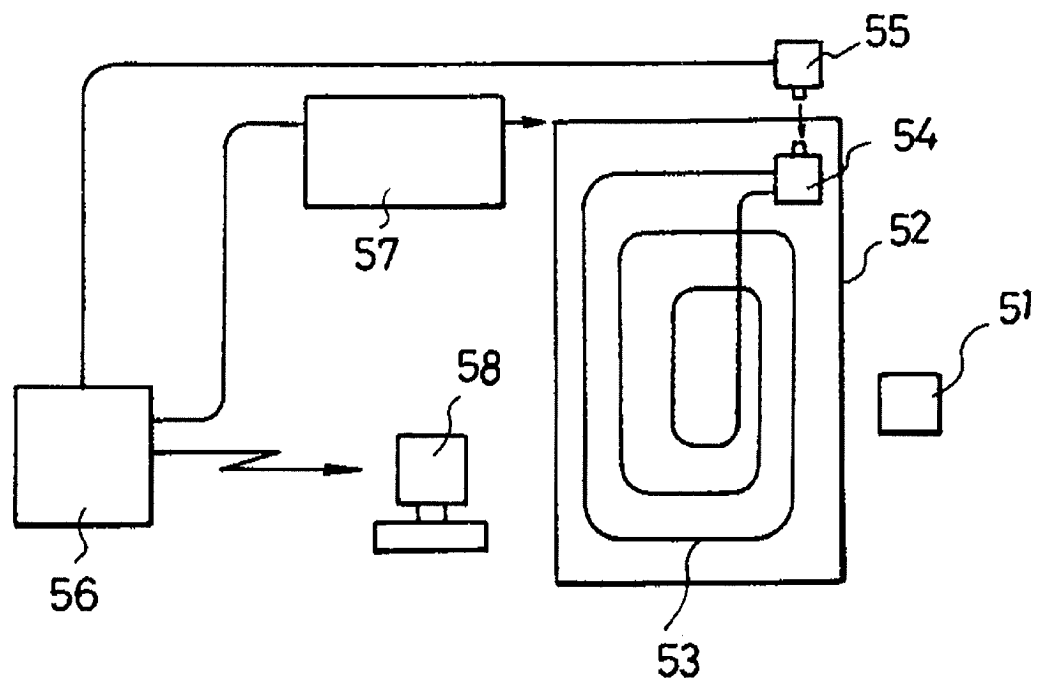
第 2 図



第 3 図



第 4 図



(11)特許出願公開番号

特開200i-77183

(P2001-77183A)

(43)公開日 平成13年3月23日(2001.3.23)

(51) Int.Cl.⁷

識別記号

FI

データポート²(参考)

H O 1 L 21/68

H O 1 L 21/68

N

B 2 8 B 11/00

C 0 4 B 37/00

B

C O 4 B 35/622

H O 1 L 21/205

審査請求 有 請求項の数5 OL (全 10 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願2000-174568(P2000-174568)

(22) 出願日 平成12年6月9日(2000.6.9)

(31)優先権主張番号 PCT/J P 99/03086

(32)優先日 平成11年6月9日(1999.6.9)

(33) 優先權主張国 欧州特許庁 (EP)

(31)優先權主張番号 特願平11-182583

(32)優先日 平成11年6月28日(1999.6.28)

(33)優先権主張国 日本 (J P)

(71)出願人 000000158

イビデン株式会社

岐阜県大垣市神田町2丁目1番地

(72) 發明者 伊藤 康隆

岐阜県揖斐郡揖斐川町北方1-1 イビデン株式会社内

(72)発明者 古川 正和

岐阜県揖斐郡揖斐川町北方1-1 イビデン株式会社内

(72)發明者 平松 靖二

岐阜県揖斐郡揖斐川町北方1-1 イビデン株式会社内

(74) 代理人 100080687

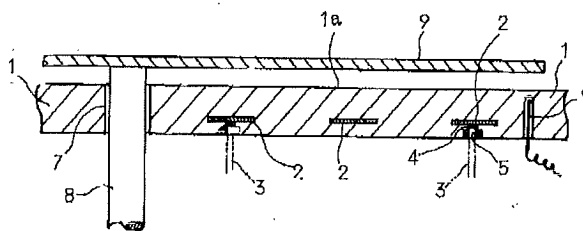
弁理士 小川 順三 (外1名)

(54)【発明の名称】 半導体製造・検査装置用セラミック基板およびその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 薄くて軽い上、導電体の機能，例えば発熱体である場合に温度を、速やかに基板作業面の作用，例えば温度に反映させることのできる半導体製造・検査装置用セラミック基板を提供すること。

【解決手段】絶縁性セラミック基板の内部に、板状、即ち扁平形状の導電体を配設すると共に、その導電体を基板の中心から厚さ方向に偏芯させて配設してなり、その導電体から遠い側の面を作業面（加熱面）としたセラミック基板。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 絶縁性セラミック基板の内部に、板状の導電体が埋設されていると共に、その導電体埋設位置を該基板の中心から厚さ方向に偏芯させて配設してなり、かつその導電体埋設位置から遠い側の面を作業面として構成したことを特徴とする半導体製造・検査装置用セラミック基板。

【請求項2】 前記導電体は、断面アスペクト比（発熱体の幅／発熱体の厚さ）が10～10000の扁平形状を示すものであることを特徴とする請求項1に記載のセラミック基板。

【請求項3】 前記導電体は、ヒーター用、サセプター用の発熱体、静電チャック用、ウエハプロローバ用の電極であることを特徴とする請求項1または2に記載のセラミック基板。

【請求項4】 少なくとも以下の①～④の工程を含むことを特徴とする半導体製造・検査装置用セラミック基板の製造方法。

① セラミック粉体を成形してセラミックの絶縁性グリーンシートを得る工程。

② 上記グリーンシートのいずれか少なくとも一方の面に、金属粒子などからなる導電ペーストを印刷する工程。

③ 導電ペースト印刷済みグリーンシートと、導電ペースト印刷をしていないグリーンシートとを各1枚以上積層する工程。

④ グリーンシートの積層体を加熱加圧してグリーンシートおよび導電ペーストを焼結することにより、セラミック基板および導電体を形成する工程。

【請求項5】 前記②工程で得られるペーストと印刷済みグリーンシートの上側および下側に、③工程と同様の工程で得られたペースト印刷をしていないグリーンシートを積層するにあたり、上側と下側のグリーンシートの枚数の比率を1/1～1/100の範囲内とすることを特徴とする請求項3に記載のセラミック基板の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、半導体製品の製造装置や検査装置に用いられるセラミック基板およびその製造方法に関し、とくに半導体製品を乾燥するために用いられるホットプレート（セラミックヒータ）やサセプター、あるいは静電チャックやウエハプロローバに用いて有用なセラミック基板についての提案である。

【0002】

【従来の技術】半導体製品に設けられている集積回路等は、シリコンウエハ上にエッチングレジストとして感光性樹脂を塗布したのち、エッチングすることにより形成されるのが普通である。この場合において、シリコンウエハの表面に塗布された前記感光性樹脂は、製造工程においてスピコートなどにより塗布されている

が、塗布後には乾燥しなければならない。その乾燥に当たっては、感光性樹脂を塗布したシリコンウエハをホットプレートの上に載置して加熱することにより行われている。従来、半導体製造装置に用いられているウエハ乾燥用ホットプレート、即ちヒータとしては、金属板（アルミニウム板）からなる基板の表面（裏面）に発熱体を配線したものなどが使用されている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】ところが、このような金属製ヒータを半導体製品の乾燥に用いた場合、次のような問題点があった。それは、ヒータの基板が金属製であることから、基板の厚みを15mm以上に厚くしなければならない。なぜなら、薄い金属製基板では、加熱に起因する熱膨張により、そりや歪みが発生してしまい、この基板上に載置されるウエハが破損したり傾いたりしてしまうからである。要するに、従来のヒータは重量が嵩み、かさばるという問題があった。

【0004】また、基板に取付けた発熱体に印加する電圧や電流量を変えることにより、ヒータの加熱温度を制御する場合、基板の厚みが大きいと、温度が電圧や電流量の変動に迅速に追従せず、基板の温度制御がしにくいという問題もあった。

【0005】これに対し従来、上述した問題点を克服する方法として、上記金属製基板に代え、特許登録第27988570号（特開平6-177231号公報）や特公平7-50736号公報などでは、窒化アルミニウム製静電チャックに、螺旋状の線状発熱体を埋設したヒータを提案している。しかしながら、このようなヒータを実際に試作してみると、ウエハを載置して加熱する作業面（加熱面）に、発熱体のパターンがそのまま投影された、いわゆる偏りのある温度分布が生じることがわかった。とくに、上記ヒータ基板中に、例えばヒータの熱を分散させる緩衝材の役割りを担うべき静電チャック電極が埋設されていないケースでは顕著に見られる現象である。

【0006】そこで、本発明の目的は、静電チャック用やウエハプロローバ用の電極の有無にかかわらず、作業面、即ちウエハの作業面（加熱面）の作用（温度分布）を均一に反映させることができる半導体製造・検査装置用セラミック基板を提供することにある。本発明の他の目的は、薄くて軽い上、埋設導電体の作用を速やかに基板作業面に正確に反映させることのできるセラミック基板を提供することにある。とくに、ヒータやサセプターである場合には、埋設発熱体の温度を加熱面（板面全体）に均一に拡散させることができるようにするために昇降温特性および均一加熱特性に優れ、また、静電チャックやウエハプロローバの場合には吸着能力に優れるものを提供することにある。

【0007】

【課題を解決するための手段】上述した課題につき検討

を続けた結果、その解決のためには次のような手段を採用することが有効であることがわかった。即ち、本発明は、窒化物セラミック、炭化物セラミックまたは酸化物セラミックからなる絶縁性セラミック基板の内部に、板状の導電体が埋設されていると共に、その導電体埋設位置を該基板の中心から厚さ方向に偏芯させて配設してなり、かつその導電体埋設位置から遠い側の面を作業面としたことを特徴とする半導体製造・検査装置用セラミック基板を提案する。

【0008】前記導電体は、断面アスペクト比（発熱体の幅／発熱体の厚さ）が10～10000の扁平形状を示すことが好ましい。

【0009】本発明において、前記導電体は、ヒーター用、サセプター用の発熱体、静電チャック用、ウエハプロバ用の電極であることが好ましい。

【0010】また、本発明にかかる前記セラミック基板を製造するに当たっては、

- ① 窒化物セラミック、炭化物セラミックまたは酸化物セラミックの粉体を成形して窒化物セラミックまたは炭化物セラミックの絶縁性のグリーンシートを得る工程、
 - ② 上記グリーンシートのいずれか少なくとも一方の面に、金属粒子などからなる導電ペーストを印刷する工程、
 - ③ 導電ペースト印刷済みグリーンシートと、導電ペーストを印刷していないグリーンシートとを各1枚以上積層する工程、
 - ④ グリーンシートの積層体を加熱加圧してグリーンシートおよび導電ペーストを焼結することにより、セラミック基板ならびに導電体を形成する工程、
- の各工程を経て、ホットプレートやサセプタ、静電チャック、ウエハプロバ用のセラミック基板とすることが必要である。

【0011】なお、前記②工程で得られる導電ペーストを印刷してなるグリーンシートの上側および下側に、①工程と同様の工程で得られた導電ペーストを印刷していないグリーンシートを積層するに当たっては、上側と下側のグリーンシートの枚数の比率を1／1～1／100の範囲内とすることが好ましい。

【0012】前記セラミック基板は、0.5～5mm程度がよい。ただし、薄すぎると破損しやすくなる。

【0013】

【発明の実施の形態】本発明にかかるセラミック基板は、ホットプレート、即ちヒータの他、サセプタや静電チャック、ウエハプロバ用の基板となるものであるが、以下はホットプレート、即ちセラミックヒータの例で説明する。さて、そのセラミックヒータは、セラミック製の板状体、即ちセラミック基板の部分が、絶縁性の窒化物セラミック、炭化物セラミックまたは酸化物セラミックからなり、そして、この基板には、断面形状が扁平である板状の導電体、例えばヒータの場合にあっては

発熱体を、該セラミック基板の内部の、厚み中心から基板厚さ方向に偏芯した位置に埋設し、しかも発熱体からの距離が遠い側にある面を作業面、例えばヒータの場合にあっては加熱面、静電チャック等の場合はウエハ載置面としたものである。

【0014】本発明において、前記セラミック基板の素材として、窒化物セラミック、炭化物セラミックまたは酸化物セラミックに着目した理由は、これらのセラミックは熱膨張係数が金属よりも小さく、薄くしても加熱により反ったり、歪んだりしないからである。その結果、本発明では基板を薄くて軽いものにすることができる。また、このような素材にて製造されたセラミック基板は、熱伝導率が高く、また基板自体も薄いため、該セラミック基板の表面温度が、発熱体の温度変化に迅速に応答しやすいという特性がある。即ち、該セラミック基板内に埋設した発熱体の電圧、電流量を変えると、その変化が速やかに基板加熱面の温度変化として表われるので、温度制御特性（昇降温特性）に優れるということができる。

【0015】なお、前記窒化物セラミックは、金属窒化物セラミック、例えば、窒化アルミニウム、窒化けい素、窒化ほう素、窒化チタンから選ばれる少なくとも1種以上を用いることが望ましい。また、炭化物セラミックは、金属炭化物セラミック、例えば、炭化けい素、炭化ジルコニウム、炭化チタン、炭化タンタル、炭化タングステンから選ばれる少なくとも1種以上のものを用いることが望ましい。また、酸化物セラミックとしては、マグネシア、アルミナ、ベリリア、ジルコニア、コージエライト、ムライト、チタニアから選ばれる一種以上を用いることが好ましい。これらのセラミックの中で窒化アルミニウムが最も好適である。絶縁性が高い一方で熱伝導率が180W/m・Kと最も高いからである。

【0016】次に、かかるセラミックヒータとしては、断面形状が扁平である板状の発熱体を基板内部に埋設すると共に、その埋設位置が基板の厚み中心からその厚さ方向に偏った（偏芯した）位置に埋設され、そして発熱体からの距離が遠い側にある面を作業面（加熱面）としたことにより、熱の伝搬がセラミック基板全体に均一に拡散しやすく、加熱面に発熱体のパターンがそのまま投影されて不均一な温度分布が発生するようなことがなくなる。即ち、加熱面の温度分布を全面に亘って均一にすることができる。即ち、その位置としては、基板の一方の面（加熱面）から50%を越え、99%までの位置とすることが望ましい。50%以下だと、加熱面に近すぎて発熱体2のパターンに類似した温度分布が発生してしまい、逆に、99%を越えると基板1自体にそりが発生して、ウエハーを破損するからである。

【0017】かかる発熱体の扁平形状は、断面アスペクト比（発熱体の幅／発熱体の厚さ）で10～10000の範囲を示すようにしたことにより、断面が真円形状の

ものや断面が正方形に近い形状をしたものよりも、加熱面の温度分布を均一なものにしやすいという特徴がある。即ち、発熱体の断面アスペクト比が10未満では、発熱体から上方向（ウエハー加熱面方向）への熱伝搬と側面方向（セラミック基板の側面方向）への熱伝搬が等しくなってしまう、発熱体間が過熱状態になる。一方、アスペクト比が10000を越えると、発熱体の中心線直上が過熱されて、やはり偏った温度分布が発生してしまう。より好ましいアスペクト比は50～5000である。これらの条件は、セラミック基板の耐衝撃温度 ΔT （水中投下でクラックや剥離が発生する温度）を150℃以上にする上で有効だからである。

【0018】なお、前記発熱体2は、断面が扁平な板状材である限り、方形断面あるいは楕円形断面であってもよく、扁平である限り、加熱面に向かった放熱特性がよく、基本的に加熱面に偏った温度分布ができにくいと言える。なお、発熱体を基板内部に埋設するに当たって、平坦な同心円状もしくは渦巻き状に配線せず、立体的なスパイラル状に成形した発熱体を埋設する場合、たとえその発熱体の断面形状が扁平な板状であったとしても、これは本発明に適合するものではない。結局、円形断面形状と何ら変わらないものとなるからである。

【0019】前記発熱体2は、図1、図2に示すように、セラミック基板1全体の温度を均一にする必要があることから、同心円状のパターンにすることが好適である。また、この発熱体2の厚さは、前記アスペクト比の範囲内において、1～50 μm 、幅は5～20mmの扁平な板状にすることが好ましい。厚さ、幅をこのように限定する意味は、抵抗値を制御する上で、この範囲が最も実用的だからである。なお、抵抗値は、発熱体2を薄く、細くするほど大きくなる。

【0020】また、この発熱体2の構造（厚さ、幅）を上記のように限定する他の理由は、発熱体自体の幅を拡げる必要があることに対応している。即ち、発熱体2を基板1の内部に埋設した場合、加熱面1aと発熱体2との距離が短くなると表面の温度均一性が低下するため、幅広にすることが有効だからである。なお、発熱体2を基板内部に設けると、窒化物セラミック等との密着性を考慮する必要がなくなるので、W、Moなどの高融点金属、WやMoなどの炭化物を使用することができるようになり、ひいては抵抗値を高くすることができる。また、上記範囲内において、断線等を防止する目的で発熱体の相対的な厚みを厚くすることもできる。

【0021】この発熱体2は、基板1厚み方向に複数層にわたって設けてもよい。この場合は、各層のパターンは相互に補完するように埋設されることが好ましく、加熱面のどこかが必ずいずれかの層のパターンがカバーしているような状態に埋設されていることが望ましい。例えば、互いに千鳥模様の如き配置になっている構造である。なお、この発熱体2は、基板1の内部に埋設する

が、その一部が表面に露出するようにしてもよい。

【0022】本発明において、前記発熱体、即ち導電体を基板1の所定の位置に配設するには、金属粒子等を含む導電ペーストを塗布、印刷することなどによって形成することができる。その導電ペーストは、導電性を確保するため、金属粒子または導電性セラミックの他、樹脂、溶剤、増粘剤などを含むものが一般的である。金属粒子としては、貴金属（Au、Ag、Pt、Pd）、W、Mo、Niから選ばれる少なくとも1種以上がよい。これらの金属は比較的酸化しにくく、発熱するに十分な抵抗値を有するからである。また、導電性セラミックとしては、W、Moの炭化物から選ばれる少なくとも1種以上を使用することができる。

【0023】これら金属粒子あるいは導電性セラミックの粒径は、0.1～100 μm であることが望ましい。微細すぎると酸化しやすく、大きすぎると焼結しにくくなり、抵抗値が大きくなるからである。

【0024】導電ペーストに使用される樹脂としては、エポキシ樹脂、フェノール樹脂などがよい。また、溶剤としては、イソプロピルアルコールなどが使用される。増粘剤としては、セルロースなどが挙げられる。

【0025】なお、セラミック基板がヒータである場合には、発熱体2を基板1の内部に形成した場合、酸化することがないため、発熱体表面への酸化防止剤などの被覆は不要である。

【0026】そして、セラミック基板1の内部に発熱体2を形成した場合、外部の端子と接続するためのスルーホール（ビアホール）4が必要となる。このスルーホール4は、タングステンペーストを充填することにより形成することができる。このスルーホールの直径は、0.1～10mmの大きさが好ましい。つまり、スルーホールの大きさがこの程度であれば、断線を防止しつつ、クラックや歪みを防止する上で効果的だからである。このスルーホール4は接続パッド5と外部端子ピン3との接続に用いる。この接続は、前記スルーホール内に金ろうを前記ピンと共に充填することにより行う。その金ろうとしては、Au-Ni合金が望ましい。Au-Ni合金は、タングステンとの密着性に優れるからである。このAu/Ni合金の比率は80～90%Au、10～20%Niとすることが望ましい。また、このAu-Ni合金層の厚さは、0.1～50 μm が望ましい。接続を確保するのに十分な範囲だからである。

【0027】本発明では、必要に応じてセラミック基板1に熱電対6を埋め込んでおくこともできる。熱電対により該セラミック基板1の温度を測定し、そのデータをもとに電圧、電流量を変えて、ヒータ板の温度を制御することができるからである。

【0028】また、図2に示すように、セラミック基板1に貫通孔7を複数設け、その貫通孔7に支持ピン8を挿通し、そのピン8の頂部に半導体ウエハー9を載置し

てこれを支持することができる。また、この支持ピン8を上下動させて半導体ウエハー9を図示しない搬送機に渡したり、搬送機から半導体ウエハー9を受け取ったりすることもできる。

【0029】次に、上記セラミックヒータの製造方法について説明する。

(1) 窒化物セラミック、炭化物セラミックなどのセラミックの粉体をバインダーおよび溶剤と混合してグリーンシート（生成形体）を得る工程：この工程の処理において、かかるセラミック粉体としては窒化アルミニウム、炭化けい素などを使用でき、必要に応じてイットリアなどの焼結助剤などを加えてもよい。また、バインダとしては、アクリル系バインダ、エチルセルロース、ブチルセロソルブ、ポリビニラールから選ばれる少なくとも1種以上が望ましい。さらに、溶媒としては、 α -テルピオーネ、グリコールから選ばれる少なくとも1種以上が望ましい。これらを混合して得られるペーストを、ドクターブレード法でシート状に成形してグリーンシートを製造する。前記グリーンシートに、必要に応じてシリコンウエハー用の支持ピン8を挿通するための貫通孔7や熱電対を埋め込む凹部11を設けておくことができる。これらの貫通孔8や凹部11は、パンチング法などを適用して形成することができる。グリーンシートの厚さは、0.1～5mm程度がよい。

【0030】(2) グリーンシートに発熱体となる導電ペーストを印刷する工程：この工程の処理において、前記グリーンシート上の発熱体形成部分に金属ペーストあるいは導電性セラミックの如きからなる導電性ペーストを塗布しまたは印刷する。これらの導電性ペースト中には金属粒子あるいは導電性セラミック粒子が含まれており、このような金属粒子としてはタングステンまたはモリブデンが、また導電性セラミック粒子としてはタングステンまたはモリブデンの炭化物が最適である。酸化しにくく熱伝導率が低下しにくいからである。タングステン粒子またはモリブデン粒子の平均粒子径は0.1～5 μ mがよい。大きすぎても小さすぎてもペーストを印刷しにくいからである。このようなペーストとしては、金属粒子または導電性セラミック粒子85～97重量部、アクリル系、エチルセルロース、ブチルセロソルブ、ポリビニラールから選ばれる少なくとも1種以上のバインダー1.5～10重量部、 α -テルピオーネ、グリコールから選ばれる少なくとも1種以上の溶媒を1.5～10重量部混合して調整したタングステンペーストまたはモリブデンペーストが最適である。

【0031】(3) 工程(2)で得られたペースト印刷グリーンシートと、工程(1)と同様の工程で得られたペーストを印刷していないグリーンシートとを各々少なくとも1枚以上積層する工程：この工程において、2種類のグリーンシートを各1層以上積層する場合は、(2)のペーストつきグリーンシートの上側（加熱面側の意味）に積

層されるグリーンシートの数を、下側に積層される(1)のグリーンシートの数よりも少なくして、発熱体2の埋設位置を厚さ方向に偏芯させることが重要である。具体的には、上側に20～50枚、下側に5～20枚を積層する。

(4) 上記グリーンシート積層体を加熱加圧してグリーンシートおよび導電ペーストを焼結し、セラミック基板および発熱体を得る工程：この工程において、加熱の温度は、1000～2000℃で、加圧は100～200kg/cm²で不活性ガス雰囲気下で行う。不活性ガスとしては、アルゴン、窒素などを使用できる。

【0032】(5) 最後に、取付け部位にはんだペーストを印刷した後、外部端子接続用ピン3を乗せて、加熱してリフローする。加熱温度は200～500℃が好適である。さらに、必要に応じて熱電対6を埋め込むことができる。なお、本発明においては、ウエハー加熱面と発熱体との間に静電チャック電極（図示を省略）を形成しておいてもよい。

【0033】以上、半導体製造・検査装置用セラミック基板として、ホットプレート（ヒータ）を例にとって説明した。本発明の他の実施形態としては、上記セラミックヒータのほかに、例えば、静電チャックやウエハプローバ、サセプタ等が挙げられる。例えば、半導体製造・検査装置を構成するセラミック基板の内部に埋設する前記導電体として、静電電極を埋設する場合には、静電チャック101として機能する。その導電体としての静電電極に用いられる導電ペースト等は、上述したセラミックヒータと同一のものが用いられる。

【0034】図5は、静電チャックとして用いられるセラミック基板を模式的に示す縦断面図である。この静電チャック用のセラミック基板では、セラミック基板1の内部にチャック正負電極層52、53が埋設され、それぞれスルーホール56、57と接続され、その電極上にセラミック誘電体膜54が形成されている。

【0035】一方、セラミック基板1の内部には、抵抗発熱体55とスルーホール58とが設けられ、シリコンウエハ等の被加熱物半導体製品を加熱することができるようになっている。なお、図示の59は外部端子接続用ピンを示しており、またこのセラミック基板1には、必要に応じて、RF電極を埋設してもよい。本発明にかかるセラミック基板が静電チャックに用いられると、導電体、即ち電極配置が優れているため、ウエハー等の吸着特性が頗る良好である。

【0036】次に、本発明にかかる半導体製造・検査装置用セラミック基板はまた、その表面に、チャックトップ導電層を設け、内部の導電体として、ガード電極やグランド電極を設けた場合には、ウエハプローバ102として機能するものが得られる。

【0037】図6は、ウエハプローバを構成するセラミック基板の一実施形態を模式的に示した断面図である。

このウエハプローバでは、平面視円形状のセラミック基板1の表面に、同心円形状の溝62が形成されるとともに、この溝62の一部にシリコンウエハを吸引するための複数の吸引孔63が設けられており、上記溝62を含むセラミック基板1の大部分にシリコンウエハの電極と接続するためのチャックトップ導体層64が円形状に形成されている。

【0038】一方、該セラミック基板1内の前記チャックトップ導体層64とは反対側の面に近い位置には、シリコンウエハの温度をコントロールするために、平面視同心円形状に配設される抵抗発熱体65が埋設されている。この抵抗発熱体65の両端には、スルーホール66を介して外部端子が接続、固定されている。

【0039】また、この実施形態においては、該セラミック基板1の内部には、その他にストレキャパシタやノイズを除去するために格子形状のガード電極67とグラウンド電極68とが設けられている。このようなウエハプローバ102では、セラミック基板1の上に集積回路が形成されたシリコンウエハを載置した後、このシリコンウエハにテストピンを持つプローブカードを押しつけ、加熱、冷却しながら電圧を印加して導通テストを行うことができるが、吸着特性に優れることから、検査工程における処理能力の向上を図る上で有効である。

【0040】

【実施例】実施例1 (セラミックヒータ)

(1) 窒化アルミニウム粉末 (トクヤマ製、平均粒径1.1 μm) 100重量部、イットリア (酸化イットリウムのこと、平均粒径0.4 μm) 4重量部、アクリルバインダー11.5重量部、分散剤0.5重量部および1-ブタノールおよびエタノールからなるアルコール53重量部を混合した組成物を、ドクターブレードで形成して厚さ0.47mmのグリーンシートを得た。

(2) 前記グリーンシートを80℃で5時間乾燥させた後、パンチングにて直径1.8mm、3.0mm、5.0mmの半導体ウエハ支持ピンを挿入するための貫通孔7、および発熱体2と端子ピン3とを接続するためのスルーホール用の孔4を設けた。

(3) 平均粒子径1 μm のタングステンカーバイド粒子100重量部、アクリル系バインダー3.0重量部、 α -テルピオーネ溶媒を3.5重量部、分散剤0.3重量部を混合して導電性ペーストAとした。また、平均粒子径3 μm のタングステン粒子100重量部、アクリル系バインダー1.9重量部、 α -テルピオーネ溶媒を3.7重量部、分散剤0.2重量部を混合して導電性ペーストBとした。この導電性ペーストAをグリーンシートにスクリーン印刷でパターンを描いて印刷した。印刷パターンは図1のような同心円とした。また、端子ピンと接続するためのスルーホール用の孔4に導電性ペーストBを充填した (図2)。さらに、タングステンペーストを印刷しないグリーンシートを上側 (加熱面) に37枚、下側に13枚を130

℃、80kg/cm²の圧力で積層した。

(4) 積層体を窒素ガス中で600℃で5時間脱脂し、1890℃、圧力150 kg/cm²で3時間ホットプレスし、厚さ3mmの窒化アルミニウム板状体を得た。これを直径230mmの円状に切り出して内部に厚さ6 μm 、幅10mmの発熱体を有するセラミック製の板状体とした (図3(a))。

(5) (4) で得た板状体を、ダイヤモンド砥石で研磨した後、マスクを載置し、ガラスビーズによるブラスト処理で熱電対6のための凹部11を設けた (図3(b))。

(6) さらに、スルーホール4の表面の一部をえぐり取って、図4に示すような凹部5とし、この凹部5にNi-Au合金からなる金ろうを用い、700℃で加熱リフローしてコパール製の端子ピン3を接続した (図3(c))。なお、端子ピン3の接続は、図4のようにタングステンの支持体12が3点で支持する構造が望ましい。接続信頼性を確保できるからである。

(7) 温度制御のための複数の熱電対6を凹部11に埋め込み、ヒータ100を得た (図3(d))。

【0041】実施例2 (炭化けい素セラミック板製ヒータ)

実施例1と基本的に同様であるが、平均粒径1.0 μm の炭化けい素粉末100重量部、アクリルバインダー11.5重量部、分散剤0.5重量部、および1-ブタノールおよびエタノールからなるアルコール53重量部を混合した組成物を、ドクターブレードで形成して厚さ0.50mmのグリーンシートを得た。焼結温度を1900℃とし、セラミックヒータを形成した。

【0042】比較例1 (アルミニウム板製ヒータ)

発熱体としてシリコンゴムで挟持したニクロム線を用い、厚さ15mmのアルミニウム板とあて板を発熱体にて挟み、ボルトで固定してヒータとした。そして、このヒータに電圧を印加したところ、温度変化が見られるまで24秒を要した。

【0043】比較例2 (アルミナ製ヒータ)

基本的には実施例1と同様であるが、アルミナ粉末 (平均粒径1.0 μm) 100重量部、アクリル系バインダー12重量部およびアルコールからなる組成物を、スプレードライヤー法にて顆粒状にし、これを金型に入れて、平板状に成形して生成形体とし、この生成形体を1200℃、圧力200 kg/cm²でホットプレスし、厚さ3mmのアルミナ板状体を得た。また、導電ペーストとしては、平均粒子径3 μm のタングステン粒子100重量部、アクリル系バインダー1.9重量部、 α -テルピオーネ溶媒を3.7重量部、分散剤0.2重量部を混合して導電性ペーストとし、これを印刷した。導電ペーストを印刷したヒータ板を1000℃で加熱焼成して、タングステンを焼結させた。

【0044】比較例3 (窒化アルミニウム+螺旋ヒータ)

基本的には実施例1と同様であるが、導電ペーストで形成された発熱体の代わりに直径0.5mmのニクロム線から

なるらせん状に成形した発熱体を埋設した。

【0045】比較例4 (窒化アルミニウム 中心)
基本的には実施例1と同様であるが、発熱体を基板の中心に配置した。

【0046】実施例3

基本的には実施例1と同様であるが、発熱体を扁平形状のものではなく、断面を厚さ20 μ m×幅100 μ mの正方形(アスペクト比1)とした。

【0047】実施例4

基本的には実施例1と同様であるが、印刷条件を変えて発熱体も扁平形状のものではなく、断面を厚さ5 μ m×幅60mm(アスペクト比12000)とした。

【0048】下記の表1は、本発明セラミックヒータ(実施例1~4)と比較例のヒータについて、通电後の加熱面への昇温特性と、加熱面における最高温度と最低温度の差(ΔT)を比較した試験結果を示すが、本発明例の優位性が確かめられた。なお、加熱面の温度は、サーモビューアで測定した。

【表1】

	応答時間 (秒)	温度差 (°C)
実施例1	0.5	8
実施例2	2.0	9
実施例3	1.6	15
実施例4	0.8	18
比較例1	2.4	15
比較例2	4.0	22
比較例3	2.0	20
比較例4	2.0	18

【0049】実施例5 (静電チャック)

(1) 窒化アルミニウム粉末(トクヤマ社製、平均粒径1.1 μ m)100重量部、イトリタ(平均粒径:0.4 μ m)4重量部、アクリルバインダ11.5重量部、分散剤0.5重量部および1-ブタノールとエタノールとからなるアルコール53重量部を混合したペーストを用い、ドクターブレード法による成形を行って、厚さ0.47mmのグリーンシートを得た。

(2) 次に、このグリーンシートを80℃で5時間乾燥させた後、パンチングにより直径1.8mm、3.0mm、5.0mmの半導体ウエハ支持ピンを挿通する貫通孔となる部分、外部端子と接続するためのスルーホールとなる部分を設けた。

【0050】(3) 平均粒子径1 μ mのタングステンカーバイド粒子100重量部、アクリル系バインダ3.0重量部、 α -テルピネオール溶媒3.5重量部および分散剤0.3重量部を混合して導体ペーストAを調製した。平均粒子径3 μ mのタングステン粒子100重量部、アクリル系バインダ1.9重量部、 α -テルピネオール溶媒3.7重量部および分散剤0.2重量部を混合して導体ペーストBを

調製した。この導体ペーストAをグリーンシートにスクリーン印刷で印刷し、導体ペースト層を形成した。印刷パターンは、同心円パターンとした。また、他のグリーンシートに図7に示した形状の静電電極パターンからなる導体ペースト層を形成した。

【0051】さらに、外部端子を接続するためのスルーホール用の貫通孔に導体ペーストBを充填した。上記処理の終わったグリーンシートに、さらに、タングステンペーストを印刷しないグリーンシートを上側(加熱面)に34枚、下側に13枚積層し、その上に静電電極パターンからなる導体ペースト層を印刷したグリーンシートを積層し、さらにその上にタングステンペーストを印刷していないグリーンシートを2枚積層し、これらを130℃、80 kg/cm²の圧力で圧着して積層体を形成した。

【0052】(4) 次に、得られた積層体を窒素ガス中、600℃で5時間脱脂し、1890℃、圧力0~150 kg/cm²(詳細は表1)で3時間ホットプレスし、厚さ3mmの窒化アルミニウム板状体を得た。これを230mmの円板状に切り出し、内部に厚さ6 μ m、幅10mmの抵抗発熱体55および厚さ10 μ mのチャック正極静電層52、チャック負極静電層53を有する窒化アルミニウム製の板状体とした。

【0053】(5) 次に、(4)で得られた板状体を、ダイヤモンド砥石で研磨した後、マスクを載置し、SiC等によるブラスト処理で表面に熱電対のための有底孔(直径:1.2mm、深さ:2.0mm)を設けた。

(6) さらに、スルーホールが形成されている部分をえぐり取って袋孔とし、この袋孔にNi-Auからなる金ろうを用い、700℃で加熱リフローしてコバル製の外端子59を接続した。なお、外部端子59の接続は、図4に示すような、タングステンの支持体が3点で支持する構造が望ましい。接続信頼性を確保することができるからである。

【0054】(7) 次に、温度制御のための複数の熱電対を有底孔に埋め込み、抵抗発熱体を有する静電チャック101の製造を完了した。この静電チャックは40℃に昇温したときの前記温度差(ΔT)は8℃であった。

【0055】実施例6 (ウエハローバ)

(1) 窒化アルミニウム粉末(トクヤマ社製、平均粒径1.1 μ m)100重量部、イトリタ(平均粒径0.4 μ m)4重量部、実施例1で得られた非晶質カーボン0.9重量部、および、1-ブタノールおよびエタノールからなるアルコール53重量部を混合して得た混合組成物を、ドクターブレード法を用いて成形し、厚さ0.47mmのグリーンシートを得た。

(2) 次に、このグリーンシートを80℃で5時間乾燥させた後、パンチングにて発熱体と外部端子と接続するためのスルーホール用の貫通孔を設けた。

【0056】(3) 平均粒子径1 μ mのタングステンカーバイド粒子100重量部、アクリル系バインダ3.0重量

部、 α テルピネオール溶媒3.5 重量部および分散剤0.3 重量部を混合して導電性ペーストAとした。また、平均粒子径 $3\mu\text{m}$ のタングステン粒子100 重量部、アクリル系バインダ1.9 重量部、 α テルピネオール溶媒を3.7 重量部、分散剤0.2 重量部を混合して導電性ペーストBとした。次に、グリーンシートに、この導電性ペーストAを用いたスクリーン印刷で、格子状のガード電極用印刷体、グラウンド電極用印刷体を印刷した。また、外部端子と接続するためのスルーホール用の貫通孔に導電性ペーストBを充填した。さらに、印刷されたグリーンシートおよび印刷がされていないグリーンシートを50枚積層して 130°C 、 80 kg/cm^2 の圧力で一体化することにより積層体を作製した。

【0057】(4) 次に、この積層体を窒素ガス中で 600°C で5時間脱脂し、 1890°C 、圧力 150 kg/cm^2 で3時間ホットプレスし、厚さ 3mm の窒化アルミニウム板状体を得た。得られた板状体を、直径 300mm の円形状に切り出してセラミック製の板状体とした。スルーホール16の大きさは、直径 0.2 mm 、深さ 0.2 mm であった。また、ガード電極67、グラウンド電極68の厚さは $10\mu\text{m}$ 、ガード電極67の形成位置は、ウエハ載置面から 1mm 、グラウンド電極68の形成位置は、ウエハ載置面から 1.2 mm であった。また、ガード電極67およびグラウンド電極68の導体非形成領域の1辺の大きさは、 0.5 mm であった。

【0058】(5) 上記(4)で得た板状体を、ダイヤモンド砥石で研磨した後、マスクを載置し、SiC等によるブラスト処理で表面に熱電対のための凹部およびウエハ吸着用の溝62(幅 0.5 mm 、深さ 0.5 mm)を設けた。

【0059】(6) さらに、ウエハ載置面に対向する面に発熱体65を形成するための層を印刷した。印刷は導電ペーストを用いた。導電ペーストは、プリント配線板のスルーホール形成に使用されている徳力化学研究所製のソルベストPS603Dを使用した。この導電ペーストは、銀/鉛ペーストであり、酸化鉛、酸化亜鉛、シリカ、酸化ホウ素、アルミナからなる金属酸化物(それぞれの重量比率は、 $5/55/10/25/5$)を銀100 重量部に対して7.5 重量部含むものであった。また、銀の形状は平均粒径 $4.5\mu\text{m}$ でリン片状のものであった。

【0060】(7) 導電ペーストを印刷したのち 780°C で加熱焼成して、導電ペースト中の銀、鉛を焼結させるとともにセラミック基板1に焼き付けた。さらに硫酸ニッケル 30 g/l 、ほう酸 30 g/l 、塩化アンモニウム 30 g/l およびロッシェル塩 60 g/l を含む水溶液からなる無電解ニッケルめっき浴に基板を浸漬して、銀の焼結体の表面に、厚さ $1\mu\text{m}$ 、ホウ素の含有量が1重量%以下のニッケル層(図示せず)を析出させた。この後、基板は、 120°C で3時間アニーリング処理を施した。銀の焼結体からなる発熱体は、厚さが $5\mu\text{m}$ 、幅 2.4 mm であり、面積抵抗率が $7.7\text{ m}\Omega/\square$ であった。

【0061】(8) 溝62が形成された面に、スパッタリング法により、順次、チタン層、モリブデン層、ニッケル層を形成した。スパッタリングのための装置は、日本真空技術株式会社製のSV-4540を使用した。スパッタリングの条件は気圧 0.6 Pa 、温度 100°C 、電力 200 W であり、スパッタリング時間は、30秒から1分の範囲内で、各金属によって調整した。得られた膜の厚さは、蛍光X線分析計の画像から、チタン層は $0.3\mu\text{m}$ 、モリブデン層は $2\mu\text{m}$ 、ニッケル層は $1\mu\text{m}$ であった。

【0062】(9) 硫酸ニッケル 30 g/l 、ほう酸 30 g/l 、塩化アンモニウム 30 g/l およびロッシェル塩 60 g/l を含む水溶液からなる無電解ニッケルめっき浴に、上記(8)で得られたセラミック基板を浸漬し、スパッタリングにより形成された金属層の表面に厚さ $7\mu\text{m}$ 、ホウ素の含有量が1重量%以下のニッケル層を析出させ、 120°C で3時間アニーリングした。発熱体表面は、電流を流さず、電解ニッケルめっきでの被覆はない。さらに、表面にシアニ化金カリウム 2 g/l 、塩化アンモニウム 75 g/l 、クエン酸ナトリウム 50 g/l および次亜リン酸ナトリウム 10 g/l を含む無電解金めっき液に、 93°C の条件で1分間浸漬し、ニッケルめっき層上に厚さ $1\mu\text{m}$ の金めっき層を形成した。

【0063】(10) 溝62から裏面に抜ける空気吸引孔63をドリル加工により形成し、さらにスルーホール16を露出させるための袋孔(図示せず)を設けた。この袋孔にNi-Au合金(Au:81.5重量%、Ni:18.4重量%、不純物:0.1重量%)からなる金ろうを用い、 970°C で加熱リフローしてコパール製の外部端子を接続させた。また、発熱体に半田(スズ90重量%/鉛10重量%)を介してコパール製の外部端子を形成した。

【0064】(11) 次に、温度制御のための複数の熱電対を凹部に埋め込み、ウエハプロバ102を得た。このウエハプロバ102は、 150°C に加熱したときの前記温度差 ΔT は 0.5°C であった。

【0065】

【発明の効果】以上説明したように、本発明にかかる半導体製造・検査装置用セラミック基板は、薄くかつ軽いので実用的である。また、熱伝導性の良い窒化物セラミックまたは炭化物セラミックの板状体を使用することで、電圧、電流量の変化に対する基板の応答性とくに温度追従性に優れており、温度制御しやすいうえに昇降温特性に優れる他、該基板の加熱面の温度分布の均一性にも優れるという効果がある。そして、静電チャックやウエハプロバとして用いたときには、優れた吸着特性を示すものが得られる。

【図面の簡単な説明】

【図1】セラミックヒータの模式図である。

【図2】セラミックヒータの使用状態を示す一部の断面図である。

【図3】セラミックヒータの製造工程を表す模式図であ

る。

【図4】端子の接続構造部分を示す斜視図である。

【図5】静電チャックの縦断面図である。

【図6】ウエハプローバの縦断面図である。

【図7】内装電極パターンの模式図である。

【符号の説明】

1 セラミック基板

2 発熱体

3 端子ピン

4 金属（銀-鉛）粒子焼結体（スルーホール）

5 接続パッド

6 熱電対

7 貫通孔

8 半導体ウエハ支持ピン

9 半導体製品

11 熱電対用凹部

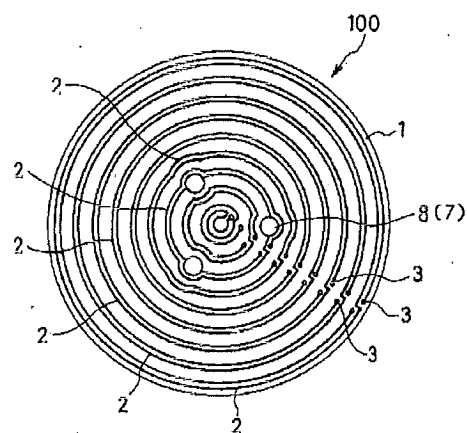
12 支持体

100 ヒータ

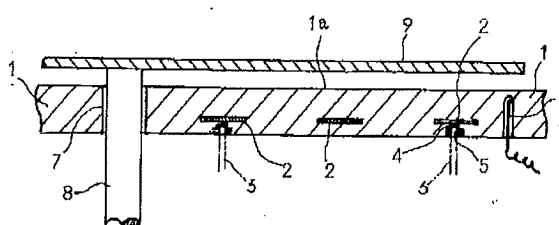
101 静電チャック

102 ウエハプローバ

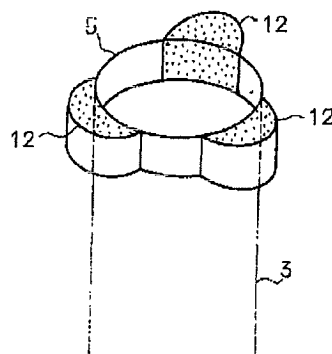
【図1】



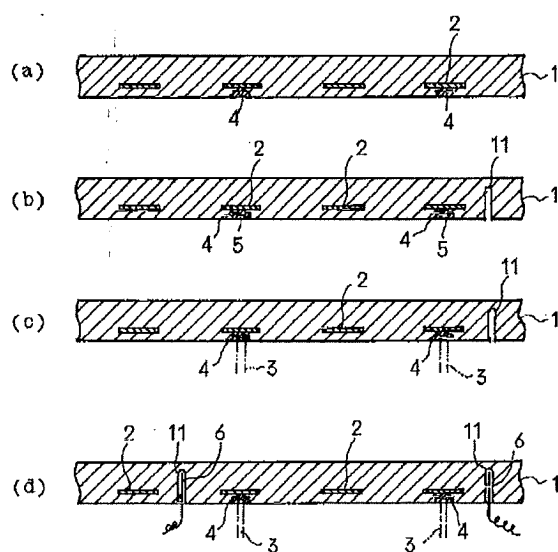
【図2】



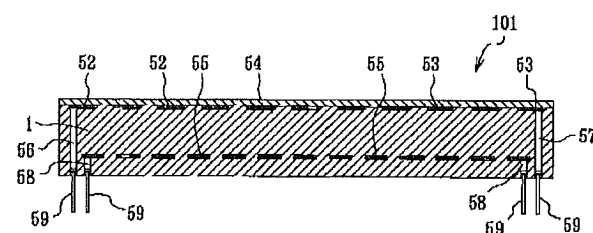
【図4】



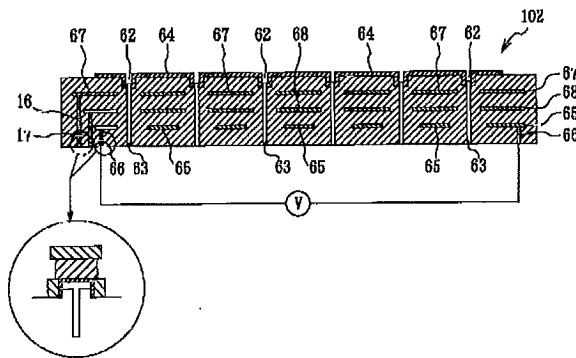
【図3】



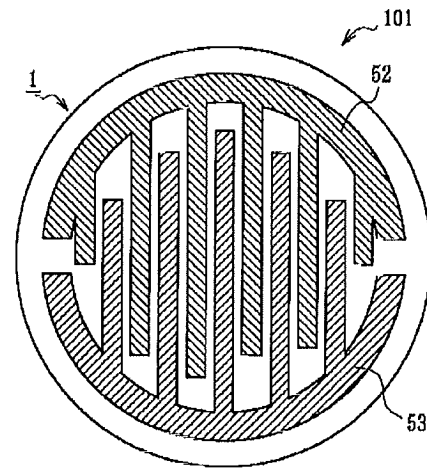
【図5】



【図6】



【図7】



フロントページの続き

(51)Int. Cl.⁷

識別記号

F I

(参考)

C 0 4 B 37/00

H 0 1 L 21/66

H

H 0 1 L 21/205

H 0 5 B 3/02

A

21/3065

3/18

21/66

3/20

3 2 8

H 0 5 B 3/02

B 2 8 B 11/00

Z

3/18

C 0 4 B 35/00

G

3/20

3 2 8

H 0 1 L 21/302

B



(12) **EUROPEAN PATENT APPLICATION**
published in accordance with Art. 158(3) EPC

(43) Date of publication:
20.06.2001 Bulletin 2001/25

(51) Int Cl.7: **H05B 3/28, H05B 3/12**

(21) Application number: **99923983.3**

(86) International application number:
PCT/JP99/03086

(22) Date of filing: **09.06.1999**

(87) International publication number:
WO 00/76273 (14.12.2000 Gazette 2000/50)

(84) Designated Contracting States:
DE FR GB IE IT NL

- **HIRAMATSU, Yasuji, Ibiden Co., Ltd.**
Ibi-gun, Gifu 501-0601 (JP)
- **ITO, Yasutaka, Ibiden Co., Ltd.**
Ibi-gun, Gifu 501-0601 (JP)

(71) Applicant: **IBIDEN CO., LTD.**
Ogaki-shi Gifu-ken 503-0917 (JP)

(74) Representative: **Grünecker, Kinkeldey,**
Stockmair & Schwanhäusser Anwaltssozietät
Maximilianstrasse 58
80538 München (DE)

(72) Inventors:
• **FURUKAWA, Masakazu, Ibiden Co., Ltd.**
Ibi-gun, Gifu 501-0601 (JP)

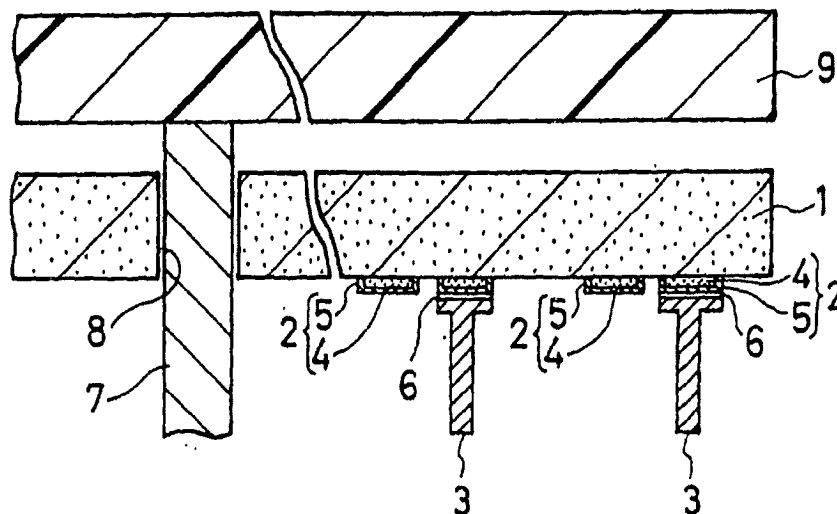
(54) **CERAMIC HEATER AND METHOD FOR PRODUCING THE SAME, AND CONDUCTIVE PASTE FOR HEATING ELEMENT**

(57) It is to provide a ceramic heater being easy in temperature control, thin and light as well as an electrically conductive paste for the formation of a heating body used in the heater, and is characterized in that a heating body formed by sintering metal particles and, if

necessary, a metal oxide is arranged on a surface or an inside of a ceramic substrate comprised of a nitride ceramic or carbide ceramic.

And also, a paste formed by mixing metal particles and a metal oxide is used as the electrically conductive paste.

FIG. 2



Description

TECHNICAL FIELD

5 [0001] This invention relates to a ceramic heater used for drying in a semiconductor industry, and more particularly to a ceramic heater facilitating temperature control and being thin and light and a method of producing the same as well as an electrically conductive paste used for the formation of a heating element of the heater.

BACKGROUND ART

10

[0002] Typical semiconductor products are manufactured by applying an etching resist onto a silicon wafer and then etching it. In this case, a photosensitive resin applied onto the surface of the silicon wafer should be dried after the application. As a drying method, it is general to place the silicon wafer coated with the resin on a heater and then conduct the heating.

15

[0003] As such a heater, it has typically been used to attach a heating body to a back surface of an aluminum substrate. However, such a metallic heater has problems as mentioned below.

20

[0004] That is, the substrate of the heater itself is a metal, so that the thickness of the substrate should be made to about 15 mm. Because, strain is caused in the thin metal plate due to thermal expansion resulted from the heating and hence the wafer placed on the metal plate is broken or tilted. Therefore, the conventional metal heater has problems that the weight is heavy and the volume is bulky.

[0005] And also, the heating of the silicon wafer by the heater is carried out by adjusting voltage and current applied to the heating body to control the temperature of the substrate. However, this method has a problem that since the metal plate is thick, the temperature of the heater substrate does not rapidly follow to the change of the voltage or current and the temperature control property is bad.

25

[0006] A primary object of the invention is to provide a heater easily conducting the temperature control and being thin and light as well as a method of producing the same.

[0007] Another object of the invention is to provide an electrically conductive paste for a heating body having excellent heat generating properties.

30

DISCLOSURE OF THE INVENTION

35

[0008] As a result of examinations on the above problem included in the conventional technique, the inventors noticed that a ceramic material having an excellent heat conductivity, particularly nitride ceramic or carbide ceramic is used as a substrate for a heater instead of the metal such as aluminum or the like. There is found out a discovery that such a ceramic substrate does not cause warping or strain even when it is made thin and can rapidly and easily conduct the temperature control and particularly it is excellent in the responsibility when the temperature control is carried out by changing a voltage or current applied to the heating body. And also, the inventors have found that an electrically conductive paste containing metal particles has generally a property of hardly adhering to the nitride ceramic or carbide ceramic, but when a metal oxide is added to the electrically conductive paste, the adhesion property is improved through the sintering of the metal particles.

40

[0009] Under the above knowledge, the invention has been developed and the construction thereof is as follows:

45

1. The invention is a ceramic heater comprising a ceramic substrate made of a nitride ceramic or a carbide ceramic and a heating body arranged on a surface thereof.

2. The heating body is preferably arranged so as to embed a part thereof in the ceramic substrate.

3. The heating body is favorable to be made of a sintered body of metal particles.

4. The heating body is favorable to be made of the metal particles and at least one metal oxide selected from the group consisting of lead oxide, zinc oxide, silicon oxide, boron oxide, aluminum oxide, yttrium oxide and titanium oxide.

50

5. As the metal particles, it is favorable to use one or more of noble metal, lead, tungsten, molybdenum and nickel.

6. The heating body is favorable to be covered on its surface with a non-oxidizing metal layer.

7. The heating body is favorable to have a sectional shape that an aspect ratio at section (width of heating body/thickness of heating body) is 10-10000.

55

8. It is characterized in that a flat heating body having an aspect ratio at section (width of heating body/thickness of heating body) of 10~10000 is arranged in an inside of a ceramic substrate made of the nitride ceramic or carbide ceramic.

9. The invention is a ceramic heater comprising a ceramic substrate made of a nitride ceramic or a carbide ceramic and a flat heating body arranged in an inside thereof, wherein an arranging position of the heating body is a position

[0026] Furthermore, the thickness and width can be made large when the heating body 2 is formed in the inside of the substrate 1. Because, when the heating body 2 is arranged in the inside, a distance between the heating face and the heating body becomes short and the temperature uniformity of the heating face of the ceramic substrate 1 lowers, so that in order to uniformly heat the heating face, it is required to widen the width of the heating body 2 itself. On the other hand, when the heating body is arranged in the inside, it is needless to consider the adhesion property to the nitride ceramic of the substrate or the like, so that a high melting point metal such as tungsten, molybdenum or the like, and carbides of tungsten or molybdenum can be used and hence the resistance value can be increased. As a result, the thickness of the heating body can be thickened for preventing the breakage or the like.

[0027] The heating body is generally rectangular or ellipsoidal at its section, but it is desirable to be a flat shape. Particularly, when the heating body is arranged in the inside of the ceramic substrate 1, it is essential to be flat. Because, the flat sectional shape is easy to dissipate heat toward the heating face and hence the temperature distribution is hardly caused in the heating face.

[0028] The aspect ratio at the section of the heating body 2 (width of the heating body/thickness of the heating body) is desirably about 10~10000, preferably 50~5000. When the aspect ratio is adjusted to the above range, the resistance value of the heating body 2 can be increased and at the same time, the uniformity of the temperature distribution in the heating face can be ensured.

[0029] When the thickness of the patterned heating body 2 arranged on the surface of the ceramic substrate 1 or inside thereof is constant, if the aspect ratio is small, the transmission quantity of heat directing to the heating face of the substrate becomes small and the heating face has the same heat distribution as in the patterned heating body. Inversely, if the aspect ratio is too large, the temperature in a portion just above the center of the patterned heating body becomes higher and finally the same heat distribution as in the patterned heating body is formed in the heating face. Considering such a temperature distribution, the aspect ratio at the section of the heating body 2 (width of the heating body/thickness of the heating body) is desirable to be within a range of 10~10000.

[0030] This is due to the fact that when the aspect ratio of the heating body 2 is made to 50~5000, cracking or peeling due to thermal shock hardly occurs.

[0031] Moreover, when the heating body 2 is formed in the inside of the ceramic substrate 1, the aspect ratio can be made large. However, in case of forming the heating body 2 in the inside, the distance between the heating face and the heating body becomes short and the uniformity of the surface temperature lowers, so that the heating body itself is necessary to be flat shape.

[0032] In the invention, when the heating body 2 is arranged in the inside of the ceramic substrate 1, the arranging position of the heating body in the thickness direction can be made eccentric, but it is desirable that the eccentric degree is a position from a surface of the substrate (heating face) to more than 50% but less than 100% because the temperature distribution of the heating face is prevented and the occurrence of warping in the ceramic substrate can be controlled. It is preferably 55~95%.

[0033] And also, when the heating body 2 is formed in the inside of the ceramic substrate 1, the layer forming the heating body may be divided into plural stages. In this case, it is desirable that the patterns of the divided layers are formed so as to supplement with each others to thereby render into a state that complete pattern is formed in any layers viewed from the heating face. For example, there is a structure that the upper layer and the lower layer are arranged in a checkered pattern to form a complete pattern as a whole.

[0034] Further, when the heating body 2 is arranged on the surface of the ceramic substrate 1, it is desirable that a part of the heating body (bottom portion) is embedded in the ceramic substrate. Such an arrangement of the heating body can simultaneously realize the improvement in the resistance control of the heating body and the improvement in the adhesion property to the ceramic substrate.

[0035] There is described an electrically conductive paste used for the formation of the heating body on the ceramic substrate below. The electrically conductive paste is usual to be metal particle or electrically conductive ceramic ensuring electrical conductivity, or a mixture with a resin, a solvent, a tackifier and the like.

[0036] As the metal particle, use may be made of one or more selected from noble metal (gold, silver, platinum, palladium), lead, tungsten, molybdenum and nickel. These metals are not relatively oxidized and show a sufficient resistance to heating. As the electrically conductive ceramic, use may be made of one or more selected from carbides of tungsten or molybdenum and so on.

[0037] These metal particles or electrically conductive ceramic are desirable to have a particle size of 0.1~100 μm . When the particle size is too small, the oxidation is easily caused, while when it is too large, the sintering is hardly conducted and the resistance value becomes large.

[0038] The metal particles can be used in a spherical shape, a flake-shape or a mixture of spherical shape and flake-shape. Particularly, when the shape is flake, a metal oxide mentioned below is easily held between the metal particles and the adhesion property between the heating body and the nitride ceramic or the like is improved.

[0039] As the resin used in the electrically conductive paste, epoxy resin, phenolic resin or the like is favorable. As the solvent, isopropyl alcohol or the like may be used. As the tackifier, cellulose or the like may be used.

[0040] And also, a metal oxide is further included in the electrically conductive paste in addition to the metal particles, which is effective to form a sintered mixture body of the metal particles and the metal oxide as a heating body. That is, when the metal oxide is interposed between the nitride ceramic or carbide ceramic and the metal particle, the adhesion property can be improved. Although the reason of improving the adhesion property is not clear, an oxide film is slightly existent on the surface of the metal particle or the surface of the nitride ceramic or carbide ceramic, so that it is guessed that the oxide film shows an affinity with the metal oxide and is easily united therewith and hence the metal particles adhere to the nitride ceramic or carbide ceramic through the oxide.

[0041] As the metal oxide, use may be made of one or more selected from lead oxide, zinc oxide, silicon oxide, boron oxide, aluminum oxide, yttrium oxide and titanium oxide. These oxides can improve the adhesion property between the metal particle and the nitride ceramic or carbide ceramic without increasing the resistance value of the heating body.

[0042] The addition amount of the metal oxide is desirable to be 0.1-less than 10 wt% to the metal particle. When the amount is less than 0.1 wt%, the addition effect is not obtained, while when it is not less than 10 wt%, the resistance value of the heating body 2 is too large.

[0043] Moreover, the mixing ratio of these metal oxides is desirable to adjust so that when the total amount of the metal oxides is 100 wt%, lead oxide is 1-10 wt%, silicon oxide is 1-30 wt%, boron oxide is 5-50 wt%, zinc oxide is 20-70 wt%, aluminum oxide is 1-10 wt%, yttrium oxide is 1-50 wt% and titanium oxide is 1-50 wt% and the total thereof does not exceed 100 wt%. These ranges are particularly effective to improve the adhesion property between the metal particle and the nitride ceramic.

[0044] Thus, when the addition amount of the metal oxide is adjusted to be within a range of 0.1-less than 10 wt% per the metal particle, the area resistance of the heating body can be made 1-45 mΩ/□. As the area resistance becomes too large, the amount of heat generation to an applied voltage is too large and the control is difficult in case of arranging the heating body on the surface of the ceramic substrate. Moreover, when the amount of the metal oxide is not less than 10 wt%, the area resistance exceeds 50 mΩ/□ and the amount of heat generation is too large and the temperature control is difficult and the uniformity of the temperature distribution in the heater lowers.

[0045] Although the resisting body for the heater has hitherto been considered to be unsuitable unless the area resistance is not less than 50 mΩ/□ (JP-A-4-300249), according to the invention, the area resistance is inversely made to not more than 45 mΩ/□ to facilitate the temperature control and ensure the uniformity of the temperature distribution.

[0046] As another embodiment of the invention, it is desirable to cover the surface of the heating body with a metal layer. Since the heating body is a sintered body of metal particles as mentioned above, when it is exposed in air, it is easily oxidized to change the resistance value. Now, the oxidation is prevented by covering the surface of the metal particle sintered body with the metal layer. The thickness of the metal layer is desirable to be about 0.1~10 μm. Because it is the range capable of preventing the oxidation of the heating body without changing the resistance value of the heating body.

[0047] The metal coated on the surface of the metal particle sintered body may be a non-oxidizing metal. For example, it may be one or more selected from gold, silver, palladium, platinum and nickel. Among them, nickel is favorable. Because, the heating body is generally required to have a terminal for connecting to a power source and the terminal is attached to the heating body through a solder, but nickel has an action of preventing the thermal diffusion of the solder. As a connection terminal, there can be used a terminal pin made of Kovar.

[0048] However, when the heating body is arranged in the inside of the ceramic substrate, the surface of the heating body is not oxidized, so that the covering is useless.

[0049] As the solder, use may be made of solder alloys such as silver-lead, lead-bismuth, bismuth-tin and the like. The thickness of the solder layer is sufficiently within a range of 0.1-50 μm for ensuring the connection through the solder.

[0050] In the invention, as shown in Fig. 5(d), a thermocouple 61 may be embedded in the ceramic substrate 1, if necessary. The thermocouple 61 measures a temperature of the ceramic substrate 1 and adjusts voltage and current based on the measured data, whereby the temperature of the heating face of the ceramic substrate 1 can be controlled easily and accurately.

[0051] Fig. 2 is a partial section view illustrating a use state of the ceramic heater according to the invention. Numeral 3 is a terminal pin, numeral 4 a metal (Ag-Pb) particle sintered body, numeral 5 a metal (Ni) covering layer, and a heating body 2 is constituted with 4 and 5. And also, numeral 6 is a solder layer, and the terminal pin is attached through the solder layer.

[0052] Furthermore, a plurality of through-holes 8 are formed in the ceramic substrate 1, and a support pin 7 for a semiconductor wafer is inserted into the through-hole 8, and a semiconductor wafer 9 is attached to a top of the pin 7 protruding onto the ceramic substrate 1 adjacent thereto or at a slight space. In this case, the semiconductor wafer 9 is delivered onto a transferring machine (not shown) or the semiconductor wafer 9 is received from the transferring machine by lifting up and down the support pin 7.

[0053] The production method of the ceramic heater according to the invention will be described below.

paste, it is optimum to use tungsten paste or molybdenum paste prepared by mixing 85-97 parts by weight of the metal particle or the electrically conductive ceramic particle, 1.5-10 parts by weight of at least one binder selected from acrylic binder, ethyl cellulose, butyl cellosolve and polyvinylal and 1.5-10 parts by weight of at least one solvent selected from a-terpineol and glycol.

(3) Next, the green sheet 31 printed with the heating body 2 in the step (2) and another green sheet 31 obtained by the same method as in the step (1) are laminated.

In the illustrated embodiment, 37 sheets are laminated on an upper surface of the metal particle layer 4 (heating face side) and 17 sheets are laminated on an opposite side. That is, the forming position of the heating body 2 is made eccentric in a thickness direction by making the number of green sheets (1) laminated on the upper side (heating face side) of the heating body (2) printed green sheet larger than the number of green sheets laminated on the lower side. Desirably, the ratio of upper side to lower side is rendered into 1/1~1/99 by laminating the great number of green sheets having the same thickness. Concretely, 20~50 sheets are laminated on the upper side, and 5~20 sheets are laminated on the lower side.

(4) The green sheets and electrically conductive paste are sintered by heating and pressing. The heating temperature is 1000-2000°C, and the pressing is carried out at 100-200 kg/cm² un an inert gas atmosphere. As the inert gas, use may be made of argon, nitrogen and the like.

[0054] Finally, a solder paste is printed on a portion to be attached with a terminal pin 3, and thereafter a terminal pin 3 is placed and fixed by reflowing under heating. The heating temperature for reflowing the solder paste is preferably 200-500°C. Further, a thermocouple may be embedded, if necessary.

EXAMPLES

(Example 1) Heater made of aluminum nitride ceramic substrate

[0055]

(1) A mixed composition of 100 parts by weight of aluminum nitride powder (average particle size 1.1 μm), 4 parts by weight of yttria (average particle size 0.4 μm), 12 parts by weight of an acryl binder and alcohol is rendered into granulated powder by a spray drying method.

(2) The granulated powder is placed in a mold and shaped into a flat plate to obtain a green shaped body. The green shaped body is drilled to from a through-hole 8 for inserting a support pin for semiconductor wafer and a recess portion (not shown) for embedding a thermocouple.

(3) The green shaped body is hot pressed at 1800°C under a pressure of 200 kg/cm² to obtain an aluminum nitride plated body having a thickness of 3 mm. It is cut out into a disc having a diameter of 210 mm to form a ceramic plated body (ceramic substrate) 1.

(4) An electrically conductive paste is printed on the ceramic substrate 1 obtained in the item (3) by screen printing. The printed pattern is a concentric circle pattern as shown in Fig. 1. As the electrically conductive paste is used Solvest PS 603D, trade name, made by Tokuriki Kagaku Kenkyusho, which is used for the formation of through-hole in a printed wiring board. This electrically conductive paste is a silver/lead paste and contains 7.5 wt% of a metal oxide being a mixture of lead oxide, zinc oxide, silica, boron oxide and alumina (weight ratio of 5/55/10/25/10) per the amount of silver. Moreover, a flake having an average particle size of 4.5 μm is used as silver.

(5) The ceramic substrate printed with the electrically conductive paste is heated and fired at 780°C to sinter silver and lead in the electrically conductive paste and bake the ceramic substrate 1. The pattern of silver-lead sintered body 4 has a thickness of 5 μm, a width of 2.4 mm and an area resistivity of 7.7 mΩ/□.

(6) The ceramic substrate 1 of the item (5) is immersed in an electroless nickel plating bath comprised on an aqueous solution of 80 g/l of nickel sulfate, 24 g/l of sodium hypophosphite, 12 g/l of sodium acetate, 8 g/l of boric acid and 6 g/l of ammonium chloride to precipitate a nickel layer having a thickness of 1 μm on the surface of the silver-lead sintered body 4, whereby a heating body 2 is formed.

(7) A silver-lead solder paste is printed on a terminal attaching portion for ensuring connection to a power source by screen printing 1 to form a solder layer (made by Tanaka Kinzoku K.K.) 6. Then, a terminal pin 3 of Kovar is placed on the solder layer 6 and reflowing is carried out by heating at 420°C to fix the terminal pin 3 to the surface of the heating body 2.

(8) A thermocouple for temperature control (not shown) is embedded to obtain a heater 100 (Figs. 1 and 2).

(Example 2) Heater of silicon carbide ceramic substrate

[0056] The basically same steps as in Example 1 are repeated except that silicon carbide powder having an average

granulated by a spray drying method and placed in a mold and shaped into a flat plate to form a green sheet and then the green sheet is hot pressed at 1200°C under a pressure of 200 kg/cm² to obtain an alumina substrate having a thickness of 3 mm.

[0061] And also, an electrically conductive paste is prepared by mixing 100 parts by weight of tungsten particles having an average particle size of 3 µm, 1.9 parts by weight of acrylic binder, 3.7 parts by weight of α-terpineol and 0.2 part by weight of dispersing agent and printed. The ceramic substrate printed with the electrically conductive paste is fired by heating at 1000°C to sinter tungsten.

(Example 5)

[0062] The same procedure as in Example 4 is fundamentally repeated except that the heating body is not flat but is a square of 20 µm in thickness x 20 µm in width at section (aspect ratio of 1).

(Example 6)

[0063] The same procedure as in Example 4 is fundamentally repeated except that the printing conditions are changed and the heating body is not flat but is 5 µm in thickness x 72 mm in width at section (aspect ratio of 12000).

(Example 7)

[0064] The same procedure as in Example 4 is fundamentally repeated except that 24 green sheet are laminated on upper side of the green sheet printed with the electrically conductive paste and 25 green sheets are laminated on lower side thereof and the heating body is located in a center of the ceramic substrate.

(Example 8)

[0065] The same procedure as in Example 1 is fundamentally repeated except that an electrically conductive paste having the following composition is prepared instead of Solvest PS603D.

[0066] Silver powder spherical, average particle size of 5.0 µm, 100 parts by weight

[0067] Metal oxide (weight ratio of lead oxide, zinc oxide, silica, boron oxide and alumina of 5/55/10/25/5) 7.5 parts by weight

Area resistivity 4 mΩ/□

(Example 9)

[0068]

(1) A composition comprising 100 parts by weight of aluminum nitride powder (average particle size 1.1 µm), 4 parts by weight of yttria (yttrium oxide, average particle size 0.4 µm), 12 parts by weight of acrylic binder and alcohol is granulated by a spray drying method.

(2) The granulated powder is placed in a mold and shaped into a flat plate to obtain a green sheet. The green sheet is drilled to form a through-hole for inserting a support pin for semiconductor wafer and a bottomed hole for embedding a thermocouple.

(3) The green sheet is hot pressed at 1800°C under a pressure of 200 kg/cm² to obtain an aluminum nitride substrate having a thickness of 3 mm. This is cut out into a disc having a diameter of 210 mm to provide a ceramic substrate 1.

Further, a metal mask is placed on the ceramic substrate 1 and subjected to a sand blast treatment with alumina powder having a diameter of 1 µm to form a groove having a width of 2.4 mm and a depth of 6 µm at a position for forming a heating body.

(4) An electrically conductive paste is printed on the groove of the ceramic substrate 1 of the step (3) by screen printing to form a metal particle layer. The pattern of the metal particle layer is a concentric circle pattern as shown in Fig. 1. As the electrically conductive paste is used Solvest PS 603D, trade name, made by Tokuriki Kagaku Kenkyusho, which is used for the formation of through-hole in a printed wiring board. This electrically conductive paste is a silver/lead paste and contains 7.5 wt% of a metal oxide being a mixture of lead oxide, zinc oxide, silica, boron oxide and alumina (weight ratio of 5/55/10/25/5) per the amount of silver. Moreover, a flake having an average particle size of 4.5 µm is used as silver.

(5) The ceramic substrate provided with the metal particle layer is fired by heating at 780°C to sinter silver and lead in the metal particle layer (electrically conductive paste) and bake onto the ceramic substrate 1. The pattern of the silver-lead sintered body 4 is 5 μm in thickness, 2.4 mm in width and 7.7 $\text{m}\Omega/\square$ in area resistivity.

(6) The ceramic substrate of the item (5) is immersed in an electroless nickel plating bath comprised of an aqueous solution comprising 80 g/l of nickel sulfate, 24 g/l of sodium hypophosphite, 12 g/l of sodium acetate, 8 g/l of boric acid and 6 g/l of ammonium chloride to precipitate a nickel layer 5 having a thickness of 1 μm on the surface of the silver-lead sintered body 4 to thereby form a heating body.

(7) A silver-lead solder paste is printed on a terminal attaching portion for ensuring connection to a power source by screen printing 1 to form a solder layer (made by Tanaka Kinzoku K.K.) 6. Then, a terminal pin of Kovar is placed on the solder layer 6 and reflowing is carried out by heating at 420°C to fix the terminal pin to the surface of the heating body 2 see Fig. 6).

[0069] In this example, the heating body is embedded in the inside of the ceramic substrate but is exposed from the surface thereof as shown in Fig. 6(a). And also, the heating body may be partly embedded in the inside of the ceramic substrate and be at a partly exposed state as shown in Fig. 6(b).

[0070] In this example, response time, temperature difference and pull strength are measured likewise Examples 1 and 8. The results are shown in Table 1.

(Comparative Example 3)

[0071] The same procedure as in Example 1 is fundamentally repeated except that lead oxide and zinc oxide are added to Solvest PS603D to adjust the amount of the metal oxide to 10 wt%. The area resistivity of the resulting heating body is 50 $\text{m}\Omega/\square$. Moreover, time till the confirmation of temperature change after the application of voltage (response time) is measured with respect to Examples 1 to 8 (other than Example 3) and Comparative Examples 1 to 3. And also, the difference between maximum temperature and minimum temperature of the heating face when the surface temperature is 600°C is measured. Moreover, the pull strength (unit $\text{kg}/2\text{ mm}\square$) is measured at a zone of 2 mm x 2 mm with respect to Examples 1 and 8.

[0072] The results are shown in Table 1.

Table 1

	Response time (second)	Temperature difference (°C)	Pull strength ($\text{kg}/2\text{ mm}\square$)
Example 1	0.5	8	12.4
Example 2	2.0	9	
Example 4	1.0	8	
Example 5	1.6	15	
Example 6	0.8	18	
Example 7	0.7	18	
Example 8	0.7	18	6.0
Example 9	0.8	9	24.0
Comparative Example 1	24	15	
Comparative Example 2	40	22	
Comparative Example 3	0.8	15	

INDUSTRIAL APPLICABILITY

[0073] As mentioned above, the ceramic heater according to the invention is thin and light and practical and is particularly used for heating and drying semiconductor products in the field of semiconductor industry.

[0074] Furthermore, in the ceramic heater according to the invention, the nitride ceramic or carbide ceramic is used as the ceramic substrate and is thinned, so that it is excellent in the temperature followability of heating face against the change of voltage or current and is easy in the temperature control. Moreover, it is excellent in the uniformity of temperature distribution of the heating face and can conduct the efficient drying of the semiconductor product.

Claims

1. A ceramic heater comprising a ceramic substrate made of a nitride ceramic or a carbide ceramic and a heating body arranged on a surface thereof.
2. The ceramic heater according to claim 1, wherein the heating body is arranged so as to embed a part thereof in the ceramic substrate.
3. The ceramic heater according to claim 1, wherein the heating body is made of a sintered body of metal particles.
4. The ceramic heater according to claim 1, wherein the heating body is made of a mixture sintered body of metal particles and a metal oxide.
5. The ceramic heater according to claim 1, 2, 3 or 4, wherein as the metal particles is used one or more of noble metal, lead, tungsten, molybdenum and nickel.
6. The ceramic heater according to claim 1, 2, 3, 4 or 5 wherein the heating body is covered on its surface with a non-oxidizing metal layer.
7. The ceramic heater according to claim 1, 2, 3, 4, 5 or 6, wherein the heating body has a sectional shape that an aspect ratio at section (width of heating body/thickness of heating body) is 10-10000.
8. A ceramic heater comprising a ceramic substrate made of the nitride ceramic or carbide ceramic and a flat heating body arranged in an inside thereof and having an aspect ratio at section (width of heating body/thickness of heating body) of 10-10000.
9. A ceramic heater comprising a ceramic substrate made of a nitride ceramic or a carbide ceramic and a flat heating body arranged in an inside thereof, wherein an arranging position of the heating body is a position eccentrically arranged from a center of the substrate in a thickness direction thereof and a face far apart from the heating body is a heating face.
10. The ceramic heater according to claim 8 or 9, wherein the heating body is made of a sintered body of metal particles or electrically conductive ceramic.
11. The ceramic heater according to claim 8 or 9, wherein the heating body is tungsten, molybdenum, tungsten carbide or molybdenum carbide.
12. The ceramic heater according to claim 9, wherein an eccentric degree of the heating body is a position from the heating face of the substrate to more than 50% but less than 100%.
13. The ceramic heater according to claim 9, wherein the heating body has an aspect ratio at section (width of heating body/thickness of heating body) of 10-10000.
14. A method of producing a ceramic heater which comprises at least following steps ①~③
 - ① step of sintering nitride ceramic powder or carbide ceramic powder to form a substrate made of nitride ceramic or carbide ceramic;
 - ② step of printing an electrically conductive paste on the substrate; and
 - ③ step of sintering the electrically conductive paste by heating to form a heating body on the surface of the ceramic substrate.
15. The method according to claim 14, wherein the electrically conductive paste used in the step ② is a mixed paste of metal particles and a metal oxide.
16. The method according to claim 14, wherein a metal coating layer is formed by plating a non-oxidizing metal onto the surface of the resulting heating body as a post step of the step ③.
17. A method of producing a ceramic heater which comprises at least following steps ①~④:

- ① step of shaping nitride ceramic powder or carbide ceramic powder to form a green sheet made of nitride ceramic or carbide ceramic;
- ② step of printing an electrically conductive paste of metal particles alone or a mixture with a metal oxide thereof on the surface of the green sheet made of the nitride ceramic or carbide ceramic;
- ③ step of laminating the green sheet printed with the electrically conductive paste on one or more of another green sheet obtained by the same treatment as in the step ①; and
- ④ step of sintering the green sheets and the electrically conductive paste by heating under pressure.

18. The method according to claim 17, wherein when the green sheets obtained by the same treatment as in the step ① are laminated on the upper side and lower side of the green sheet printed with the electrically conductive paste in the step ②, the number ratio of the upper and lower green sheets is within a range of 1/1 to 1/99.

19. An electrically conductive paste for a heating body of a ceramic heater comprising metal particles and a metal oxide.

20. The electrically conductive paste according to claim 19, wherein as the metal particles is used one or more of noble metal, lead, tungsten, molybdenum and nickel.

21. The electrically conductive paste according to claim 19, wherein the metal oxide is one or more of lead oxide, zinc oxide, silicon oxide, boron oxide, aluminum oxide, yttrium oxide and titanium oxide.

22. The electrically conductive paste according to claim 19, wherein the mixture contains not less than 0.1 wt% but less than 10 wt% of the metal oxide to the metal particles.

23. The electrically conductive paste according to claim 19, wherein the metal particle has an average particle size of 0.1-100 μm .

24. The electrically conductive paste according to claim 19, wherein the metal particles are flake-shaped particle or a mixture of spherical particle and flake-shaped particle.

FIG. 1

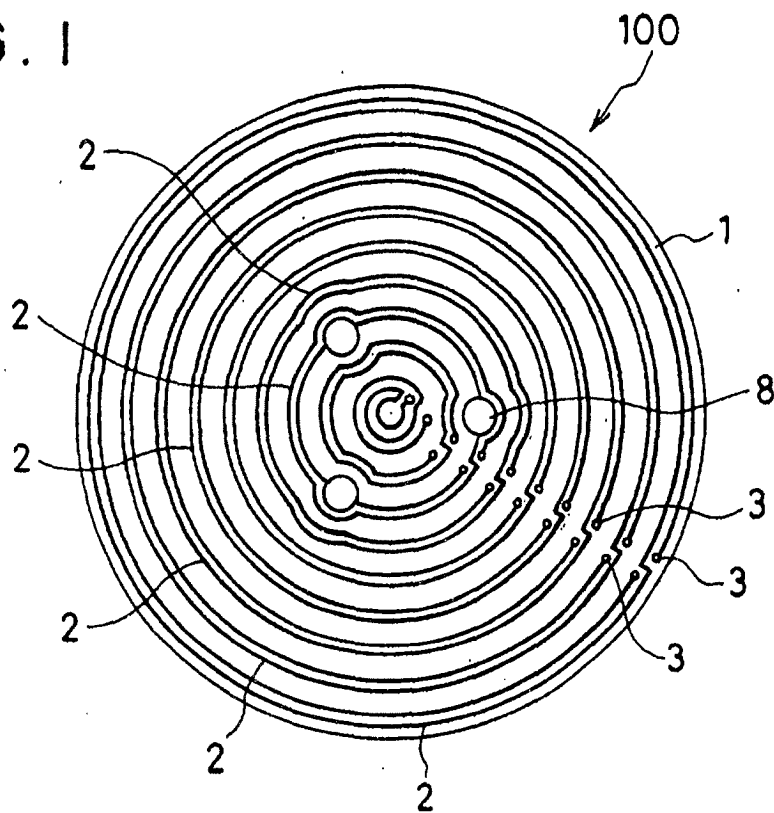


FIG. 2

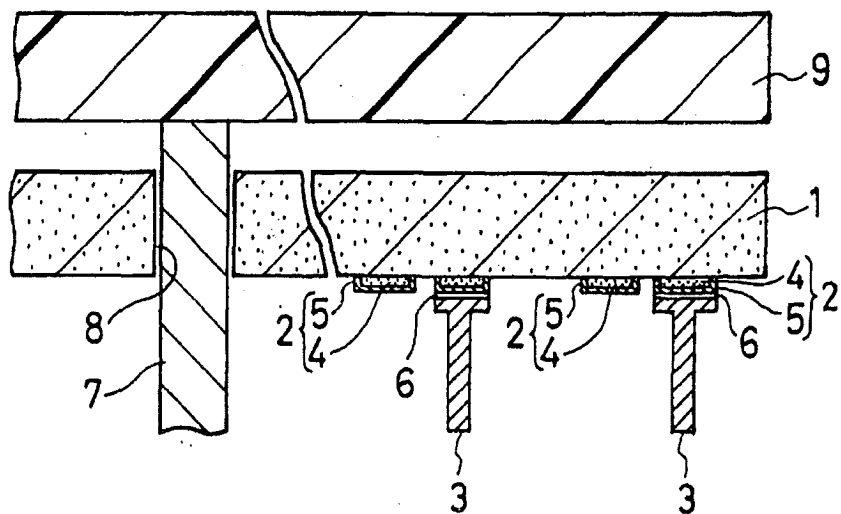


FIG. 3

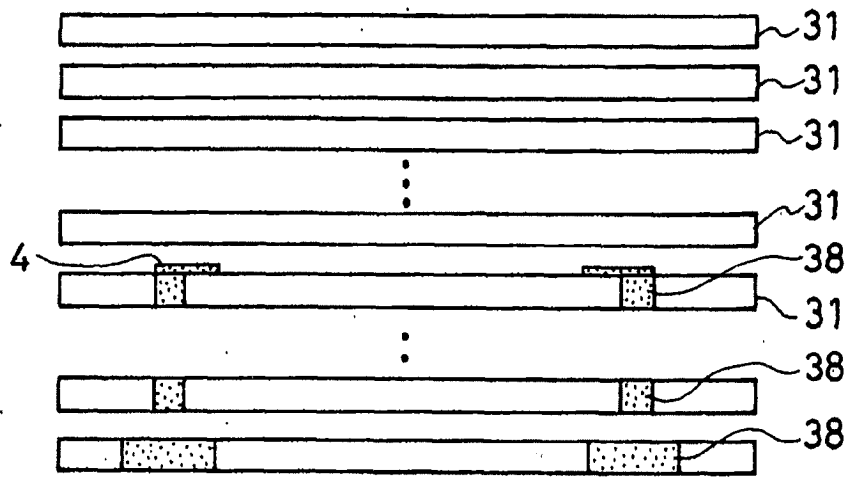


FIG. 4

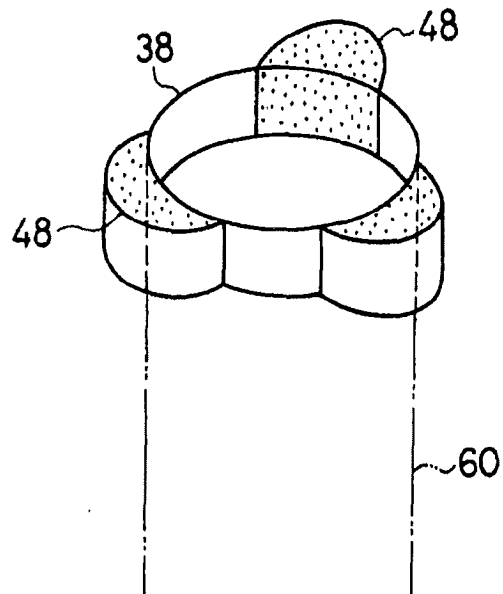


FIG. 5a

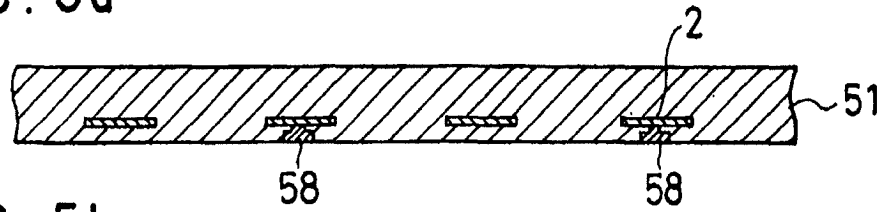


FIG. 5b

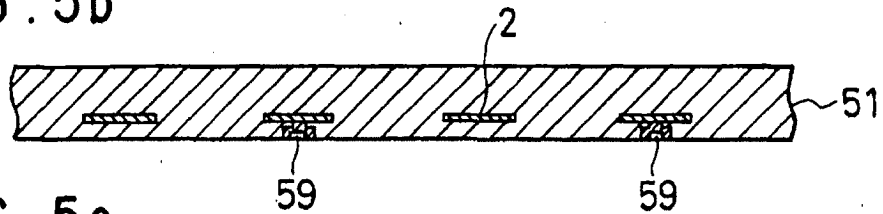


FIG. 5c

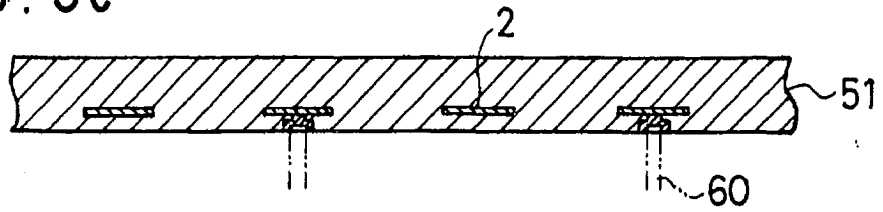


FIG. 5d

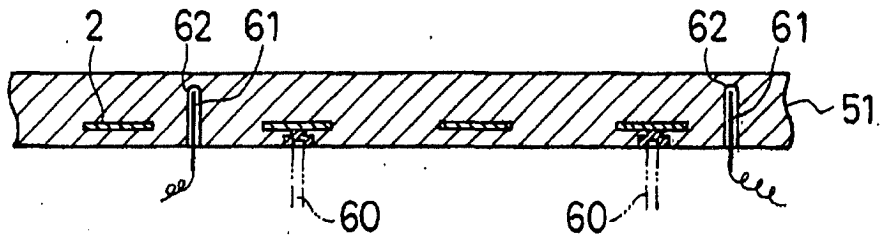


FIG. 6a

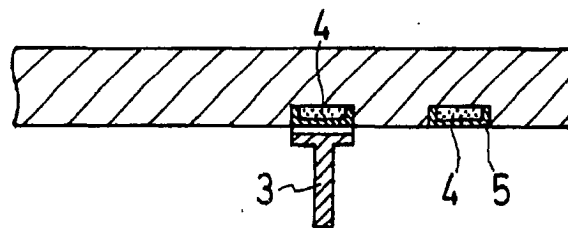
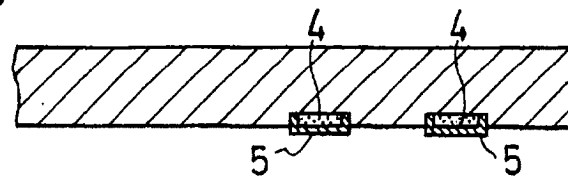


FIG. 6b



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP99/03086

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER Int.Cl ⁶ H05B3/28, H05B3/12 According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) Int.Cl ⁶ H05B3/28, H05B3/12, H05B3/20 Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Jitsuyo Shinan Koho 1940-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-1999 Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-1999 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-1999 Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP, 8-273815, A (NGK Spark Plug Co., Ltd.), 18 October, 1996 (18. 10. 96), Full text ; Figs. 1, 2	1-3, 5, 14
Y	Full text ; Figs. 1, 2	4, 6-8, 10, 11, 15, 16, 20
A	Full text ; Figs. 1, 2 (Family: none)	9, 12, 13, 22-24
X	JP, 58-61591, A (Nippondenso Co., Ltd.), 12 April, 1983 (12. 04. 83), Page 2, upper right column, line 18 to lower left column, line 11	19, 21
Y	Page 2, upper right column, line 18 to lower left column, line 11 & US, 4449039, A	4, 15, 20
Y	JP, 57-870, A (Matsushita Electric Industrial Co., Ltd.), 5 January, 1982 (05. 01. 82), Page 2, lower left column, line 8 to lower right column, line 2 ; Fig. 2 (Family: none)	6, 16
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input type="checkbox"/> See patent family annex.		
* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier document but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search 6 September, 1999 (06. 09. 99)		Date of mailing of the international search report 14 September, 1999 (14. 09. 99)
Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office		Authorized officer
Facsimile No.		Telephone No.

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (July 1992)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP99/03086

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP, 6-51658, A (Toshiba Lighting & Technology Corp.), 25 February, 1994 (25. 02. 94), Par. No. [0019] (Family: none)	7, 8, 10, 11
X	JP, 8-273814, A (NGK Spark Plug Co., Ltd.), 18 October, 1996 (18. 10. 96), Full text ; Figs. 1 to 3 (Family: none)	17, 18

Form PCT/ISA/210 (continuation of second sheet) (July 1992)